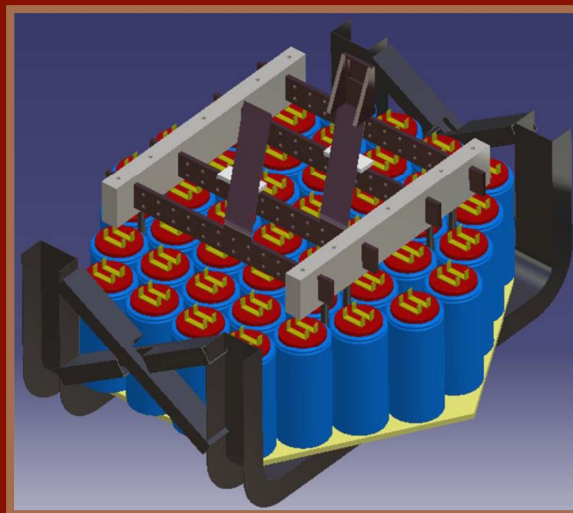


Tesis Doctoral perteneciente al programa:

Ciencia y Tecnología de Nuevos Materiales

Desarrollo de componentes de porosidad funcionalizada para conductos de calor



Autor: Eva María Pérez Soriano

Director: José María Gallardo Fuentes

Dep. Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte
Escuela Técnica Superior de Ingeniería
Universidad de Sevilla

2017



Tesis Doctoral perteneciente al programa:
Ciencia y Tecnología de Nuevos Materiales

Desarrollo de componentes de porosidad funcionalizada para conductos de calor

Autor:

Eva María Pérez Soriano

Director:

José María Gallardo Fuentes

Catedrático

Dpto. de Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte

Escuela Técnica Superior de Ingeniería

Universidad de Sevilla

Sevilla, 2017

Tesis doctoral: Desarrollo de componentes de porosidad funcionalizada para conductos de calor

Autor: Eva María Pérez Soriano

Tutor: José María Gallardo Fuentes

El tribunal nombrado para juzgar el Proyecto arriba indicado, compuesto por los siguientes miembros:

Presidente:

Vocales:

Secretario:

Acuerdan otorgarle la calificación de:

Sevilla, 2017

El Secretario del Tribunal

A mi familia

Agradecimientos

A mi tutor de proyecto, Dr. José M^a Gallardo por su empuje, innumerables consejos y charlas filosóficas para mantener siempre mi ánimo intacto.

Al Dr. Fernando Lasagni, por abrirme las puertas de FADA-CATEC: curso, acceso a equipos, pero sobre todo, por su gran ayuda.

A los técnicos de laboratorio, D. Jesús Pinto, D. José Miguel Madrid y D^a Mercedes Sánchez, por su apoyo en la parte experimental del proyecto.

A Carlos Navarro Pintado, Juan Manuel Ayllón y Juana Mayo Núñez, miembros del departamento de Ingeniería Mecánica, por su colaboración.

Al equipo 3M por su apoyo innegable.

Eva María Pérez Soriano

Sevilla, 2017

Resumen

El objetivo del trabajo es la obtención de mechas para su uso en LHP's con porosidades funcionalizadas y diámetro de poro controlado.

Hay infinidad de usos descritos para materiales metálicos con porosidad controlada y abierta, así como de poros de pequeño diámetro, tamaño uniforme y posiblemente con cierta direccionalidad.

Con los métodos de fabricación propuestos se pretende aportar una mayor versatilidad en el tipo de metal a usar (lo que podría mejorar la capilaridad), así como ampliar el rango de porosidades finales y producir una cierta funcionalización de dicha porosidad. Los diversos procedimientos propuestos están basados en tecnologías ya existentes o de reciente desarrollo.

El comportamiento de un material particulado sometido a campos de fuerza apropiados, puede producir estructuras funcionalizadas de interés. En concreto, si se anula el campo gravitatorio, sometiendo al material particulado a condiciones de microgravedad y se aplica simultáneamente un campo eléctrico intenso, pueden obtenerse estructuras fibrosas en el material particulado que, finalmente, pueden ser fijadas mediante una intensa corriente eléctrica producida por descarga de condensadores.

También se abordará la fabricación mediante procesos convencionales de sinterización, con o sin espaciadores, bajo una adecuada selección del tamaño de las partículas de polvo y de las condiciones de prensado y sinterización.

Por supuesto, no hay que olvidar además los distintos procesos de caracterización a emplear, una vez fabricadas las probetas siguiendo las condiciones enumeradas anteriormente. Habrá que realizar medidas de porosidad y/o densidad y ensayos mecánicos para comprobar la resistencia y validez de dichas piezas.

Abstract

The main goal of this work is to obtain wicks, used in LHP's. They present functionalized porosity and controlled pore diameter.

There are many uses described for metal materials with controlled and open porosity, as well as pores of small diameter, uniform size and possibly with some directionality.

With the proposed manufacturing methods, it is intended to provide greater versatility in the type of metal to be used (which could improve capillarity), as well as to extend the range of final porosities and to produce a certain functionalization of the porosity. Various procedures are proposed based on existing or newly developed technologies.

The behavior of powder materials, subjected to appropriate force fields, can produce interesting functionalized structures. In particular, if the gravitational field is annulled by subjecting the particulate material to microgravity conditions and simultaneously applying an intense electric field, fibrous structures can be obtained. Electric sintering will be carried out by an intense electric current produced by discharge of capacitors.

Manufacturing will also be approached by conventional sintering processes, with or without spacers, under appropriate selection of the size of powders and the pressing and sintering conditions.

Of course, it must not be forgotten the different characterization processes to be used, once the test pieces have been manufactured following the conditions listed above. Porosity and/or density measurements and mechanical tests shall be carried out to check the strength and validity of such parts.

Índice

Agradecimientos.....	ix
Resumen	xi
Abstract	xiii
Índice	xv
Índice de Figuras y Tablas	xxi
1 Objetivo	1
1.1. <i>Referencias</i>	<i>3</i>
2. Estado del arte de la tecnología de los Loop Heat Pipes (LHP's)	5
2.1. <i>Componentes y funcionamiento de los LHP's</i>	<i>6</i>
2.2. <i>Características de las mechas.....</i>	<i>12</i>
2.3. <i>Ventajas y claves del éxito</i>	<i>13</i>
2.4. <i>Materiales empleados</i>	<i>15</i>
2.5. <i>Necesidades futuras.....</i>	<i>17</i>
2.6. <i>Timeline</i>	<i>17</i>
2.7. <i>Referencias</i>	<i>24</i>

3. Contribuciones de esta tesis.....	27
3.1. <i>Materiales porosos</i>	27
3.1.1. Introducción a las tecnologías de fabricación de especímenes metálicos porosos.....	31
3.1.1.1. Obtenidos a partir de fase vapor o líquido	31
3.1.1.2. Formados a partir de fibras.....	33
3.1.1.3. Obtenidos por métodos pulvimetalúrgicos	33
3.2. <i>Pulvimetalurgia</i>	34
3.2.1. Aplicaciones de la PM.....	36
3.2.2. Etapas previas del procesamiento de piezas pulvimetalúrgicas	39
3.2.2.1. Obtención del polvo metálico	40
3.2.2.2. Compactación de los polvos metálicos	43
3.2.3. Operaciones secundarias.....	47
3.3. <i>Fabricación de materiales porosos por PM.....</i>	48
3.3.1. Con prensado axial previo en frío	49
3.3.1.1. Empleo de espaciadores	55
3.3.1.2. Modos de compactación axial	56
3.3.2. Con prensado isostático previo en frío.....	57
3.3.3. <i>Loose Sintering</i>	57
3.3.4. Sinterización eléctrica: técnicas disponibles.....	59
3.3.4.1. Consolidación por descarga eléctrica	61
3.3.4.2. Aplicaciones industriales	63
3.3.5. Sinterización en microgravedad	65
3.3.5.1. Microgravedad	65
3.3.5.2. Métodos para obtener condiciones de microgravedad	68
3.3.5.3. Microgravedad y CDE.....	81
3.3.6. <i>Laser Sintering</i>	82
3.3.6.1. Fusión selectiva por láser	85
3.3.7. Otras técnicas de sinterización no convencionales.....	88
3.4. <i>Referencias</i>	90
4. Materiales.....	101
4.1. <i>Acero inoxidable.....</i>	101

4.2. Aluminio.....	105
4.3. Níquel.....	108
4.4. Titanio.....	111
4.5. Espaciadores.....	115
4.5.1. ACP (cera en polvo).....	115
4.5.2. Sal común (NaCl)	116
4.5.3. Fibra de carbono	121
4.6. Referencias	124
5. Procedimiento experimental	127
5.1. <i>Procedimientos generales</i>	127
5.1.1. Extracción del polvo.....	128
5.1.2. Estudio de la granulometría mediante difracción láser.....	130
5.1.3. Densidad de golpeo	132
5.1.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM) de los polvos	133
5.1.5. Molienda.....	135
5.1.6. Tamizado de los polvos	138
5.1.7. Densidad por dimensiones.....	142
5.1.8. Picnometría	143
5.1.9. Densidad mediante pesada diferencial	149
5.1.10. Corte de las probetas.....	154
5.1.11. Porosimetría de mercurio	157
5.1.12. Análisis de imagen (AI).....	159
5.1.13. Absorción	168
5.1.14. Tracción indirecta o ensayo brasileño.....	171
5.1.15. SEM de las probetas	174
5.2. <i>Loose Sintering</i>	175
5.2.1. Preparación de los moldes.....	175
5.2.2. Nomenclatura de las probetas	178
5.2.3. Introducción en el horno.....	180
5.2.4. Extracción del horno e identificación.....	185
5.3. <i>Loose Sintering con espaciadores</i>	186
5.3.1. Uso de espaciadores.....	187
5.3.2. Cálculo de la adición de espaciadores	188

5.3.3.	Eliminación de los espaciadores	188
5.3.3.1.	Sal.....	188
5.3.3.2.	Cera	189
5.3.3.3.	Fibra de carbono.....	191
5.3.4.	Método de Arquímedes.....	193
5.4.	<i>Sinterización con compactación previa</i>	193
5.4.1.	Preparación de los moldes con compactación previa	193
5.4.2.	Preparación adicional para el caso de empleo de cera como espaciador	196
5.5.	<i>Compresión isostática</i>	196
5.6.	<i>Sinterización eléctrica</i>	197
5.7.	<i>Referencias</i>	198
6.	Resultados y discusión	200
6.1.	<i>Caracterización de productos comerciales</i>	201
6.2.	<i>Loose Sintering</i>	218
6.2.1.	Acero inoxidable.....	218
6.2.2.	Aluminio	228
6.2.3.	Níquel	230
6.2.4.	Titanio	237
6.3.	<i>Loose Sintering con espaciadores</i>	247
6.3.1.	Acero inoxidable.....	248
6.3.2.	Níquel	255
6.3.3.	Titanio	262
6.4.	<i>Sinterización con compactación previa</i>	268
6.4.1.	Acero inoxidable.....	268
6.4.2.	Aluminio	280
6.4.3.	Níquel	281
6.4.4.	Titanio	293
6.5.	<i>Compactación isostática</i>	301
6.5.1.	Fabricación de la probeta.....	301
6.6.	<i>Sinterización eléctrica</i>	306
6.6.1.	Análisis de vuelos parabólicos	308

6.6.2. Estudio de la atracción “El Desafío” del parque temático “Isla Mágica”	313
6.6.2.1. Equipos	313
6.6.2.2. Instrumentación de la torre	316
6.6.2.3. Procedimiento experimental del estudio de la torre.....	318
6.6.2.4. Resultados del estudio de la torre.....	319
6.6.3. Simulación del lanzamiento: estudio <i>MD Adams</i>	332
6.6.3.1. Filosofía del modelo del equipo de sinterización eléctrica.....	332
6.6.3.2. Consideraciones previas	333
6.6.3.3. Diseño de la doble cápsula	334
6.6.3.4. Simulación del lanzamiento	336
6.6.3.5. Optimización de parámetros	337
6.6.3.6. Datos relevantes para el montaje real	341
6.6.4. Equipo de sinterización.....	342
6.6.4.1. Fundamentos del equipo	342
6.6.4.2. Elementos básicos del equipo	344
6.6.4.3. Ensayo a escala	347
6.6.4.4. Montaje final	349
6.6.5. Torre de caída libre.....	359
6.6.5.1. Consideraciones generales para el diseño.....	359
6.6.5.2. Diseño del sistema de lanzamiento	363
6.6.5.3. Unión de la estructura metálica.....	365
6.6.5.4. Guías	366
6.6.5.5. Fijación de la torre.....	373
6.6.5.6. Diseño del sistema de frenado	374
6.6.5.7. Elección de cuerdas	375
6.6.5.8. Piscina de frenado.....	387
6.6.5.9. Sistema de lanzamiento y subida.....	388
6.6.5.10. Estructura de soporte.....	395
6.6.5.11. Anclajes.....	397
6.6.5.12. Adquisición y descarga de datos	403
6.6.5.13. Seguridad	405
6.6.5.14. Descripción temporal de un lanzamiento.....	408
6.6.6. Ensayos en tierra.....	409
6.6.6.1. Preparación de las probetas.....	411
6.7. Referencias	415

7. Conclusiones	416
7.1. <i>Sinterización convencional.....</i>	<i>416</i>
7.2. <i>Sinterización eléctrica.....</i>	<i>424</i>
7.3. <i>Futuras líneas de investigación.....</i>	<i>431</i>
Anexos.....	437

ÍNDICE DE FIGURAS Y TABLAS

Figura 2-1. Esquema funcional básico de un Loop Heat Pipe	6
Figura 2-2. Detalle de una mecha para un LHP	8
Figura 2-3. Distintas mechas para LHP's	9
Figura 2-4. Esquema analítico de un LHP [LIA 2010]	10
Figura 2-5. Diagrama del ciclo de trabajo de un LHP [MAY 2005]	11
Figura 2-6. Relación entre porosidad y permeabilidad [MIS 2010]	13
Figura 2-7. Evolución de la cámara de compensación:	
a) E/CC con forma cilíndrica	
b) E/CC con forma plana y tanque en la extensión del evaporador	
c) E/CC con forma plana y tanque en el espesor del evaporador	20
 Figura 3-1. Piezas metálicas porosas	 30
Figura 3-2. Piezas producidas por PM	38
Figura 3-3. Pasos generales del proceso PM [UPA 2002]	40
Figura 3-4. Polvos metálicos	41
Figura 3-5. Mezcla de los polvos en una turbula	42
Figura 3-6. Esquema del proceso de compactación uniaxial	44
Figura 3-7. Esquema de una compresión isostática	45
Figura 3-8. Mecanismo de compactación de polvos mediante prensado en caliente y sinterización [ASH 2007]	50
Figura 3-9. Esquema de formación de cuellos entre partículas de polvo durante la sinterización	51
Figura 3-10. Efecto de la temperatura de sinterización en la porosidad [MIS 2010]	52

Figura 3-11. Experimento imaginario de Newton	66
Figura 3-12. Efecto de la gravedad sobre la distribución de una masa de polvo: a) con gravedad; b) en microgravedad	67
Figura 3-13. Métodos existentes para la consecución de las condiciones de microgravedad según el tiempo y la calidad de la microgravedad	69
Figura 3-14. Interior de una torre de caída	70
Figura 3-15. Torre Zarm de microgravedad	71
Figura 3-16. Torre del MGLAB	72
Figura 3-17. Torre de caída libre del INTA	74
Figura 3-18. Instalaciones del JAMIC	75
Figura 3-19. Perfil de un vuelo parabólico de la ESA	76
Figura 3-20. Tanque de flotación neutral	77
Figura 3-21. Cápsula recuperable	79
Figura 3-22. Estación Espacial Internacional	80
Figura 3-23. Proceso de exposición	82
Figura 3-24. Esquema del equipo [ADD]	85
Figura 3-25. Proceso de fundido	86
Figura 3-26. Interacción del láser con el material: a) Plano x-y; b) Sección	87
Figura 3-27. Capa	87
Figura 3-28. Diferentes opciones para el recorrido del láser en cada capa	88
 Figura 4-1. Lata de polvo de acero inoxidable 316L	 103
Figura 4-2. Distribución granulométrica del SS316L	103
Figura 4-3. Distribución granulométrica del SS400	104
Figura 4-4. Morfología de los polvos de SS400, obtenida mediante SEM	105

Figura 4-5. Granulometría del aluminio	107
Figura 4-6. Imágenes SEM del aluminio a x200 y x1000	108
Figura 4-7. Lata de polvo de níquel 210	109
Figura 4-8. Distribución del tamaño de partícula del Ni4SP	110
Figura 4-9. Distribución del tamaño de partícula del Ni210	110
Figura 4-10. Morfología de los polvos de Ni210, obtenida mediante SEM	111
Figura 4-11. Distribución granulométrica del Ti-325mesh	114
Figura 4-12. Distribución del tamaño de partícula del titanio mayor de 62µm	114
Figura 4-13. Distribución del tamaño de partícula del titanio mezcla	115
Figura 4-14. Morfología de los polvos de Ti, obtenida mediante SEM	115
Figura 4-15. Granulometría de la cera ACP en estado de recepción	116
Figura 4-16. Granulometría del NaCl en estado de recepción	117
Figura 4-17. Bolas de acero inoxidable utilizadas para la molienda de sal	118
Figura 4-18. Granulometría del NaCl tras 1h de molienda	118
Figura 4-19. Granulometría del NaCl tras 1h y 45' de molienda	119
Figura 4-20. Granulometría del NaCl tras 6h de molienda	119
Figura 4-21. Molienda defectuosa de sal	120
Figura 4-22. Rollo de tejido de fibra de carbono en estado de recepción	121
Figura 4-23. Granulometría de la fibra de carbono tras la molienda	122
Figura 4-24. Fibra de carbono de la empresa Easy composites	123
Figura 5-1. Mezclador-agitador túrbula	129
Figura 5-2. Granulómetro Malvern Mastersizer 2000	131
Figura 5-3. Equipo pulidor vibratorio	132
Figura 5-4. Microscopio electrónico de barrido de la marca JEOL	134

Figura 5-5. Croquis de la vasija de molienda	136
Figura 5-6. Baño de limpieza por ultrasonidos	140
Figura 5-7. Tamizado de polvos en máquina vibradora	140
Figura 5-8. Recogida de polvos del tamiz	141
Figura 5-9. Equipo Micromeritics AccuPyc II 1340	144
Figura 5-10. Sistema de picnometría: ordenador, picnómetro y botellas de gas a presión	144
Figura 5-11. Cámara portamuestras y estándares de calibración	145
Figura 5-12. Capturas del software durante la medición. Entrada de resultados y proceso de medida	147
Figura 5-13. Proceso de calibración inicial del picnómetro “rellenando” la cámara portamuestras	148
Figura 5-14. Placa calefactora con baño de arena	151
Figura 5-15. Placa calefactora con agitador magnético Heidolph MR Hei-Standard	152
Figura 5-16. Balanza digital	153
Figura 5-17. Cortadora de precisión Struers Secotom-10	154
Figura 5-18. Detalle del corte en la cortadora de precisión	156
Figura 5-19. Porosímetro de mercurio, Pore Master 60 gt	159
Figura 5-20. a) Equipo de impregnación al vacío EPOVAC Struers b) Probetas a empastillar en el molde	160
Figura 5-21. Lápiz-marcador Vibrograv	161
Figura 5-22. Desbastadoras rotativas Knuth-Rotor 3 (izq) y Knuth-Rotor 2 (dcha)	162
Figura 5-23. Pulidora	162
Figura 5-24. Montaje para el ataque del acero inoxidable	165
Figura 5-25. Microscopio Nikon Epiphot 200	166
Figura 5-26. Imagen de probeta TiM-1100-3 tomada con microscopio a 500x	168

Figura 5-27. Reservorio de mayor tamaño para el agua destilada situado sobre una base elevadora	169
Figura 5-28. Pinza de sujeción de la probeta y depósito de contacto	170
Figura 5-29. Detalle de la aparición de la burbuja, inicio de la absorción	171
Figura 5-30. Configuración de la carga en el ensayo brasileño	172
Figura 5-31. Ensayo de tracción indirecta	173
Figura 5-32. Moldes de alúmina sobre bandeja Halderwanger	175
Figura 5-33. Balanza analítica	176
Figura 5-34. Vertido de los polvos a los moldes	177
Figura 5-35. Horno de matriz cerámica CARBOLITE 215STF15 / 75 / 902PC	181
Figura 5-36. Bomba rotativa de vacío, difusora, equipo de medida de vacío y conductos de refrigeración	182
Figura 5-37. Moldes en el interior del horno	183
Figura 5-38. Cilindros de alúmina utilizados para la sinterización del níquel con cera como espaciador: a) antes y b) después de la sinterización	184
Figura 5-39. Fallo de un tubo de alúmina	185
Figura 5-40. Ejemplo de macrografía de una probeta fabricada con titanio	186
Figura 5-41. Estufa Carbolite	189
Figura 5-42. Resultado del ensayo DSC de la cera ACP	190
Figura 5-43. Probetas de níquel tras salir de la mufla	191
Figura 5-44. Probetas de titanio tras salir de la mufla	192
Figura 5-45. Probetas de acero inoxidable tras salir de la mufla	192
Figura 5-46. Matriz cilíndrica para la elaboración de compactos	194
Figura 5-47. Prensa: detalle de indicador de presión y cabezales	195
 Figura 6-1. Porosidad total y densidad aparente de los distintos ensayos	 202

Figura 6-2. Porosidad aislada de los distintos ensayos	203
Figura 6-3. Macrografía de las probetas IB-A, IB-B e IB-C, de izquierda a derecha	203
Figura 6-4. Imágenes de microscopía óptica: izq. a 50x, dcha. a 500x. a) IB-A, b) IB-B y c) IB-C	204
Figura 6-5. Detalle del borde exterior de la probeta IB-C a 50x	205
Figura 6-6. Frecuencia en número frente a diámetro medio de poro	206
Figura 6-7. Frecuencia en volumen frente a diámetro medio de poro	206
Figura 6-8. Distribución de la esfericidad	207
Figura 6-9. Distribución de la circularidad	207
Figura 6-10. Resultados del porosímetro de mercurio.....	208
Figura 6-11. Alzado y planta de las muestras: a) IB-A, b) IB-B y c) IB-C	209
Figura 6-12. Resistencia a la rotura frente a deformación real	209
Figura 6-13. Detalle de la zona de rotura de la muestra IB-A	210
Figura 6-14. Imágenes de SEM a 500x: a) IB-A, b) IB-B y c) IB-C	210
Figura 6-15. Áreas de análisis de composición EDX para la muestra IB-A	211
Figura 6-16. De arriba abajo, composición de los espectros 1, 2 y 3 de la muestra IB-A	212
Figura 6-17. Áreas de análisis de composición EDX para la muestra IB-B	213
Figura 6-18. De arriba abajo, composición de los espectros 1, 2, 3 y 4 de la muestra IB-B	214
Figura 6-19. Áreas de análisis de composición EDX para la muestra IB-C	215
Figura 6-20. De arriba abajo, composición de los espectros 1, 2 y 3 de la muestra IB-C	216
Figura 6-21. Cantidad de agua absorbida frente al tiempo en el ensayo de absorción	217
Figura 6-22. Diferentes tonalidades en las probetas de acero inoxidable: a) SS140-200/1000 y b) SS140-200/1300	219

Figura 6-23. Porosidad total alcanzada en probetas de acero inoxidable mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores	219
Figura 6-24. Porosidad aislada en probetas de acero inoxidable fabricadas mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores	220
Figura 6-25. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de acero inoxidable fabricadas mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores: a) SS400, b) SS, c) SS200-400, d) SS140-200 y e) SS140	221
Figura 6-26. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable	223
Figura 6-27. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable	223
Figura 6-28. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable 316L	224
Figura 6-29. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable 316L	224
Figura 6-30. Momento en el que aparece la grieta en el ensayo de tracción indirecta realizado sobre la probeta SS-1000	226
Figura 6-31. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de acero inoxidable: a) 1000°C, b) 1300°C con zoom y c) 1300°C sin zoom	227
Figura 6-32. Imagen tomada durante el ensayo brasileño sobre la probeta SS200-400/1300	227
Figura 6-33. Diferentes tamaños alcanzados en probetas de níquel y acero inoxidable: a) Ni210/950 y b) SS400/1000	231
Figura 6-34. Defectos en la homogeneización de las muestras de níquel mezcla ..	231
Figura 6-35. Porosidad total alcanzada en probetas de níquel mediante LS sin espaciadores	232
Figura 6-36. Porosidad aislada en probetas de níquel fabricadas mediante LS sin espaciadores	232
Figura 6-37. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en	

probetas de níquel fabricadas mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores: a) Ni210, b) Ni4SP y c) Ni255	233
Figura 6-38. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de níquel	234
Figura 6-39. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de níquel	235
Figura 6-40. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de níquel	235
Figura 6-41. Representación de la circularidad según AI de imagen en probetas de níquel	236
Figura 6-42. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de níquel: a) 950°C y b) 1000°C	236
Figura 6-43. Probetas de titanio a 850°C: a) TiF, b) TiM y c) TiG	237
Figura 6-44. Probetas de titanio a 1100°C: a) TiF, b) TiM y c) TiG	238
Figura 6-45. Porosidad total alcanzada en probetas de titanio mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores	239
Figura 6-46. Porosidad aislada alcanzada en probetas de titanio mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores	239
Figura 6-47. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de titanio fabricadas mediante la técnica del Loose Sintering sin espaciadores: a) TiF, b) TiM y c) TiG	240
Figura 6-48. Imágenes de microscopio metalográfico de probetas de titanio sinterizadas a 950°C: a) TiF, b) TiM y c) TiG	241
Figura 6-49. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de titanio	242
Figura 6-50. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de titanio	243
Figura 6-51. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de titanio	243

Figura 6-52. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas titanio	244
Figura 6-53. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de titanio: a) 850°C, b) 850°C con zoom, c) 950°C, d) 950°C con zoom, e) 1100°C, f) 1100°C con zoom, g) 1300°C y h) 1300°C con zoom	245
Figura 6-54. Imágenes de SEM en probetas de titanio: a) TiF-850 a 2000x, b) TiF-950 a 2000x, c) TiM-1100 a 500x y d) TiF-1200 a 500x	246
Figura 6-55. Macrografías de probetas de acero inoxidable con espaciadores mediante LS: a) sin espaciador, b) y c) con ACP, d) con sal y e) con FC	249
Figura 6-56. Porosidad total alcanzada en probetas de acero inoxidable mediante la técnica de Loose Sintering con espaciadores	250
Figura 6-57. Porosidad aislada en probetas de acero inoxidable mediante la técnica de Loose Sintering con espaciadores	251
Figura 6-58. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de acero inoxidable fabricadas mediante la técnica del Loose Sintering con espaciadores	251
Figura 6-59. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con espaciadores	252
Figura 6-60. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con espaciadores	253
Figura 6-61. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con espaciadores	254
Figura 6-62. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con espaciadores	254
Figura 6-63. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de acero inoxidable con espaciador	255
Figura 6-64. Macrografías de probetas de níquel con espaciadores mediante LS: a) sin espaciador, b) con ACP, c) con sal y d) con FC	256
Figura 6-65. Porosidad total alcanzada en probetas de níquel mediante LS con espaciadores	257

Figura 6-66. Porosidad aislada en probetas de níquel LS con espaciadores	258
Figura 6-67. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de níquel fabricadas mediante LS con espaciadores	259
Figura 6-68. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de níquel con espaciadores	259
Figura 6-69. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de níquel con espaciadores	260
Figura 6-70. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de níquel con espaciadores	261
Figura 6-71. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas níquel con espaciadores	261
Figura 6-72. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de níquel con espaciador	262
Figura 6-73. Macrográficas de probetas de titanio sinterizado a 950°C con espaciadores mediante LS: a) sin espaciador, b) con ACP, c) con sal y d) con FC	263
Figura 6-74. Porosidad total alcanzada en probetas de titanio mediante LS con espaciadores	264
Figura 6-75. Porosidad aislada en probetas de titanio mediante LS con espaciadores	264
Figura 6-76. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas titanio fabricadas mediante LS con espaciadores: a) 850°C y b) 950°C ..	265
Figura 6-77. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de titanio con espaciadores	266
Figura 6-78. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de titanio con espaciadores	266
Figura 6-79. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de titanio con espaciadores	267
Figura 6-80. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas titanio con espaciadores	267

Figura 6-81. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de titanio con espaciador	268
Figura 6-82. Fotografías del compacto en verde de la probeta SSM-0-60-1100	269
Figura 6-83. Imágenes de microscopio metalográfico a 200x de probetas de acero inoxidable con compactación previa: a) Sin espaciador, b) con ACP y c) con sal .	271
Figura 6-84. Porosidad total alcanzada en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciadores	271
Figura 6-85. Porosidad aislada en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciadores	272
Figura 6-86. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de acero inoxidable fabricadas con baja presión y espaciador	273
Figura 6-87. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciador	274
Figura 6-88. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciador	275
Figura 6-89. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciador	276
Figura 6-90. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciador	276
Figura 6-91. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de acero inoxidable con baja presión y espaciador	277
Figura 6-92. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de probetas de acero inoxidable con presión y espaciador: a) SSF-0, b) SSG-0, c) SSF-A y d) SSG-A	278
Figura 6-93. Resultados del ensayo de absorción en probetas de acero inoxidable	279
Figura 6-94. Probeta de aluminio con sinterización parcial y puntos de fusión localizada	281
Figura 6-95. Probeta de níquel con cera donde se aprecian canalizaciones	282
Figura 6-96. Probetas de níquel sin espaciador tras el ensayo brasileño: a) grueso y b) fino	282

Figura 6-97. Probetas de níquel con sal tras el ensayo brasileño: a) grueso y b) fino	283
Figura 6-98. Macrografía de probeta de titanio fino sin espaciador tras la fractura; se aprecia la dirección de propagación de la grieta	283
Figura 6-99. Probeta de titanio grueso tras la fractura	284
Figura 6-100. Porosidad total alcanzada en probetas de níquel con baja presión y espaciadores	284
Figura 6-101. Porosidad aislada alcanzada en probetas de níquel con baja presión y espaciadores	286
Figura 6-102. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de níquel fabricadas con baja presión y espaciador	286
Figura 6-103. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de níquel con baja presión y espaciador	287
Figura 6-104. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de níquel con baja presión y espaciador	288
Figura 6-105. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de níquel con baja presión y espaciador en poros con un diámetro medio superior a $2\mu\text{m}$	289
Figura 6-106. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas de níquel con baja presión y espaciador	289
Figura 6-107. a) NiG-A, detalle de las canalizaciones fruto del proceso de fabricación, b) NiM-A muestra de diámetro y baja percolación	290
Figura 6-108. NiF-Sal	290
Figura 6-109. a) NiF-0, apenas se aprecia porosidad; b) Carácter filiforme de los polvos finos de níquel	291
Figura 6-110. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de níquel con baja presión y espaciador: a) gráfica absoluta y b) zoom	291
Figura 6-111. Resultados del ensayo de absorción en probetas de níquel	292
Figura 6-112. Titanio grueso con sal y problemas para la sinterización	294
Figura 6-113. Probeta de titanio tras el proceso de sinterización con atmósfera inerte	

.....	294
Figura 6-114. Porosidad total alcanzada en probetas de titanio con baja presión y espaciadores	295
Figura 6-115. Porosidad aislada en probetas de titanio con baja presión y espaciadores	295
Figura 6-116. Distribución de la porosidad según porosimetría de mercurio en probetas de titanio fabricadas con baja presión y espaciador	296
Figura 6-117. Distribución de la porosidad en función del número según análisis de imagen en probetas de titanio con baja presión y espaciador	297
Figura 6-118. Distribución de la porosidad en función del volumen según análisis de imagen en probetas de titanio con baja presión y espaciador	298
Figura 6-119. Representación de la esfericidad según análisis de imagen en probetas de titanio con baja presión y espaciador	299
Figura 6-120. Representación de la circularidad según análisis de imagen en probetas de titanio con baja presión y espaciador	299
Figura 6-121. Resultados del ensayo de tracción indirecta en probetas de titanio con baja presión y espaciador: a) gráfica absoluta y b) zoom	300
Figura 6-122. Resultados del ensayo de absorción en probetas de titanio	300
Figura 6-123. Piezas de la matriz para fabricar el molde de silicona	302
Figura 6-124. Montaje para la fabricación del molde de silicona	303
Figura 6-125. Adición de la silicona a la matriz	304
Figura 6-126. Molde de silicona para compresión isostática	305
Figura 6-127. Molde preparado con el polvo metálico	306
Figura 6-128. Miembros del equipo accionando el interruptor de la descarga de condensadores (izquierda) y tratando de mantener la estabilidad (derecha)	308
Figura 6-129. El equipo de sinterización en proceso de montaje (izquierda) y los carruseles de muestras ya preparados (derecha)	309
Figura 6-130. A la izquierda la muestra 2P con un elevado grado de sinterización y	

la muestra 6M con bajo grado de sinterización.	310
Figura 6-131. Micrografías SEM de las muestras: a) 13G, b) 13G ampliada, c) 2P y d) 7M	312
Figura 6-132. Torre El Desafío en el parque temático de Isla Mágica	313
Figura 6-133. Diagramas de velocidad frente altura en los diferentes programas	314
Figura 6-134. Circuito eléctrico del acelerómetro ADXL103	315
Figura 6-135. Conjunto de instrumentación finalizada la instalación	316
Figura 6-136. Orientación de los ejes los acelerómetros	317
Figura 6-137. Imagen los acelerómetros 0 y 2 tras su colocación en la torre	317
Figura 6-138. Ubicación del acelerómetro designado como 1	318
Figura 6-139. Valores obtenidos en el ciclo denominado Double Jojo A	321
Figura 6-140. Valores obtenidos en el ciclo denominado Double Jojo B	321
Figura 6-141. Valores obtenidos en el ciclo denominado Double Jojo C	322
Figura 6-142. Valores de la primera derivada de los programas Double JoJo	322
Figura 6-143. Valores de gravedad medidos en el ciclo denominado Olé A	323
Figura 6-144. Valores medidos en el ciclo denominado Olé B	324
Figura 6-145. Valores medidos en el ciclo denominado Olé C	324
Figura 6-146. Valores de la primera derivada de los programas Olé	325
Figura 6-147. Valores de gravedad medida en el ciclo denominado Po Jo A	325
Figura 6-148. Valores de gravedad medida en el ciclo denominado Po Jo B	326
Figura 6-149. Valores de primera derivada de los programa Po Jo	326
Figura 6-150. Valores de gravedad medida en el ciclo denominado Short JoJo A	327
Figura 6-151. Valores de gravedad medida en el ciclo denominado Short JoJo B	327
Figura 6-152. Valores de la primera derivada de los programas Short JoJo	328
Figura 6-153. Valores de gravedad medidos en el ciclo denominado Up&Down A	328

Figura 6-154. Valores de gravedad medidos en el ciclo denominado Up&Down B	329
Figura 6-155. Valores de gravedad medidos en el ciclo denominado Up&Down C	329
Figura 6-156. Valores de la primera derivada de los programas Up&Down	330
Figura 6-157. Representación de los valores de la primera derivada de las aceleraciones de ciclo Up&Down	330
Figura 6-158. Captura de pantalla del programa MD Adams 2003	335
Figura 6-159. Aceleración medida e interpolada en el ciclo Short Jojo A	337
Figura 6-160. Variación respecto al instante de lanzamiento	339
Figura 6-161. Variación respecto a la constante elástica de los muelles	339
Figura 6-162. Tendencia según las diferentes longitudes iniciales de los muelles	340
Figura 6-163. Esquema unifilar del circuito del equipo de descarga	345
Figura 6-164. Transformadores acoplados en el montaje del equipo	345
Figura 6-165. Diodo rectificador utilizado	346
Figura 6-166. Montaje para el ensayo a escala	348
Figura 6-167. Modelo CAD del banco de condensadores en configuración hexagonal: a) Vista isométrica, b) Vista en planta	349
Figura 6-168. Barras de conexión de los condensadores	350
Figura 6-169. Esquema auxiliar para el conexionado de los cables	353
Figura 6-170. Vista lateral de la "Cuna"	353
Figura 6-171. Modelo CAD del banco conexionado	354
Figura 6-172. Modelo CAD de la probeta de ensayos	355
Figura 6-173. Modelo CAD del soporte fijo para la probeta de ensayos	355
Figura 6-174. Soporte móvil para la probeta de ensayos	356
Figura 6-175. Esquema del circuito de carga simulado en Matlab Simulink	358
Figura 6-176. Curva de tensión en el banco frente al tiempo para una carga de 30 segundos	358

Figura 6-177. Curva de intensidad en el banco frente al tiempo para una carga de 30 segundos	359
Figura 6-178. Relación entre el intervalo de tiempo en condiciones de microgravedad y la altura de lanzamiento	360
Figura 6-179. Aproximación al factor de desaceleración en función de la altura de frenado	361
Figura 6-180. Alternativa basada en raíles	364
Figura 6-181. Guía Klein K 40	367
Figura 6-182. Empalme guías Klein	370
Figura 6-183. Rodamiento de bolas FBB	372
Figura 6-184. Juego de accesorios	372
Figura 6-185. Situación de la placa de anclaje	374
Figura 6-186. Elementos de una cuerda	376
Figura 6-187. Estimación de la fuerza de desaceleración para una cuerda Simond Outdoor	379
Figura 6-188. Cuerdas dinámicas Booster III Classic	383
Figura 6-189. Práctica del bungee jumping	384
Figura 6-190. Espuma de poliestireno expandido	387
Figura 6-191. Motor eléctrico	390
Figura 6-192. Motorreductor	392
Figura 6-193. Polipasto eléctrico	393
Figura 6-194. Elevador eléctrico	394
Figura 6-195. Perfil del soporte horizontal	395
Figura 6-196. Escuadra de refuerzo	396
Figura 6-197. Modelo CAD del soporte en U	397
Figura 6-198. Gancho S-319N señalando las marcas para el control de la	

deformación	398
Figura 6-199. Cáncamo con rosca macho	399
Figura 6-200. Wichard	400
Figura 6-201. Mosquetón Rocky con rosca	401
Figura 6-202. Ilustración de un nudo en ocho	403
Figura 6-203. Placa Arduino Mega	404
Figura 6-204. Accesorios de la placa Arduino Mega: a) Micro SD Arduino shield, b) Arduino shield con acelerómetro ADXL335	404
Figura 6-205. Perfiles simulados de aceleración, velocidad y posición frente a tiempo	405
Figura 6-206. Barandilla de seguridad	406
Figura 6-207. Arnés anti-caída	407
Figura 6-208. Montaje final del equipo de sinterización para la experimentación en tierra	411
Figura 6-209. Torno mecánico	412
Figura 6-210. Sellado de la probeta	413
Figura 6-211. Cordón de silicona exterior en el tubo de cuarzo	414
 Figura 7-1. Esquema del proceso de sinterizado mediante técnicas convencionales	 423
 Figura A-1. Esquema de elementos del subconjunto: equipo de sinterización	 438
Figura A-2. Renderizado del equipo de sinterización	438
Figura A-3. Modelo CAD del condensador	439
Figura A-4. Modelo CAD del contenedor	442
Figura A-5. Modelo CAD del apoyo	443
Figura A-6. Modelo CAD de la guía	444

Figura A-7. Modelo CAD del cáncamo	445
Figura A-8. Modelo CAD del wichard	446
Figura B-1. Centro de gravedad del equipo de sinterización	447
Figura C-1. Instrucciones para el correcto montaje de los rodamientos	451
Figura D-1. Esquema para la resolución de cuerda dinámica necesaria	453
Figura D-2. Esquema para la resolución de cuerda bungee necesaria	457

Tabla 2-1. Estado del Arte de LHP entre 1998-2010	18
Tabla 4-1. Distribución del tamaño medio de partícula tras el tamizado del polvo	104
Tabla 4-2. Propiedades del acero inoxidable 316L	105
Tabla 4-3. Propiedades del aluminio	107
Tabla 4-4. Tamaño medio de partícula de los polvos de partida del níquel	109
Tabla 4-5. Propiedades del níquel	109
Tabla 4-6. Propiedades del titanio	113
Tabla 4-7. Características de la cera orgánica	116
Tabla 4-8. Composición (en %) de la sal empleada	117
Tabla 4-9. Propiedades físicas del NaCl	117
Tabla 4-10. Características de la fibra de carbono	122
Tabla 5-1. Condiciones de molienda	137
Tabla 5-2. Estándares de calibración	145
Tabla 5-3. Parámetros de corte en función del material	155
Tabla 5-4. Cantidades de polvo a introducir en las probetas de cada material sin espaciador	177
Tabla 5-5. Cantidades de polvo a introducir en las probetas de cada material además del espaciador correspondiente	178
Tabla 5-6. Relación entre número de probeta y ensayo	179
Tabla 5-7. Relación entre número de probeta y ensayo	180
Tabla 6-1. Porosidad total y diámetro del poro muestras. Valores de IberEspacio	201
Tabla 6-2. Resultados composición de IB-A	213

Tabla 6-3. Resultados composición de IB-B	215
Tabla 6-4. Resultados composición de IB-C	217
Tabla 6-5. Proporción en número del número de poros con tamaño menor a 9,5µm en las probetas de acero inoxidable	222
Tabla 6-6. Correspondencia entre el tamaño de partícula, su nomenclatura e información sobre las presiones de compactación empleadas	269
Tabla 6-7. Porosidad sin espaciador	269
Tabla 6-8. Correspondencia entre el tamaño de partícula, presión ejercida y nomenclatura	280
Tabla 6-9. Correspondencia entre el tamaño de partícula y su nomenclatura, información sobre las presiones de compactación empleadas y la cantidad de espaciador a añadir	281
Tabla 6-10. Correspondencia entre el tamaño de partícula y su nomenclatura, información sobre las presiones de compactación empleadas y la cantidad de espaciador a añadir	293
Tabla 6-11. Datos de la morfología de la matriz	304
Tabla 6-12. Muestras caracterizadas	309
Tabla 6-13. Pesos de la parte sinterizada y peso total de cada muestra	311
Tabla 6-14. Ruta de conexionado entre los condensadores y las barras de conexión	352
Tabla 6-15. Temperaturas en Sevilla	368
Tabla 6-16. Dilatación de las guías	368

1 OBJETIVO

Este trabajo trata de explorar diversos procedimientos para la fabricación de productos de elevada porosidad y pequeño tamaño de poro interconectado que puedan ser útiles en la obtención de wicks o mechas. Dichas mechas se emplearán en caloductos, y deberán contar con porosidades funcionalizadas y diámetro de poro controlado.

Pero hay infinidad de usos descritos para materiales metálicos con porosidad controlada y abierta, así como de poros de pequeño diámetro, tamaño uniforme y posiblemente con cierta direccionalidad. A continuación se listan algunos ejemplos de aplicaciones [BAK 2006, BAN 1999, CHO 2002, HUA 2009, MPIF 1980]:

- aislamiento acústico (tanto amortiguación como atenuamiento)
- aislamiento térmico
- amortiguación de vibraciones
- medio de retención
- frena-llamas y mata-chispas
- intercambiadores de calor
- control de presiones y flujo de líquidos
- distribución de gas y aspersion
- depósitos de almacenamiento
- filtros en las industrias química, farmacéutica, alimentación,...
- portadores de catalizadores
- construcciones ligeras
- seguridad pasiva en vehículos (material con gran capacidad de absorción de energía de impacto)
- implantes biomédicos
- sistemas de bombeo por capilaridad
- sistemas de intercambio de calor en la industria de la energía y la industria

aeroespacial

- etc.

Con los métodos de fabricación que se van a proponer, se pretende aportar una mayor versatilidad en el tipo de metal a usar (lo que podría mejorar la capilaridad), así como ampliar el rango de porosidades finales y producir una cierta funcionalización de dicha porosidad.

Esto se hará tanto desde una aproximación teórica como experimental.

1.1. Referencias

[BAK 2006] BAKAN, HI. *A novel water leaching and sintering process for manufacturing highly porous stainless steel*. Scripta Materialia, **55**, 2006, p. 203-206.

[BAN 1999] BANHART, J., M.F. ASHBY y N.A. FLECK. *Metal Foams and Porous Metal Structures*. Verlag MIT, 1999. ISBN 3-9805748-7-3

[CHO 2002] CHOU, K.S. y M.A. SONG. *A novel method for making open-cell aluminum foams with soft ceramic balls*. Scripta Materialia, **46**, 2002, p. 379-382.

[HUA 2009] HUANG, X., G. FRANCHI y F. CAI. *Characterization of porous bi-modal Ni structures*. Journal of Porous Materials, **16**, 2009, p. 165-173.

[MPIF 1980] Varios autores. *Porous Metal Design Guidebook*. Metal Powder Industries Federation Publishers, 1980.

2. ESTADO DEL ARTE DE LA TECNOLOGÍA DE LOS LOOP HEAT PIPES (LHP's)

También llamados caloductos, son dispositivos de transferencia de calor de dos fases enteramente pasivos. Estos dispositivos tienen una conductancia térmica muy alta y pueden lograr transferir calor a grandes distancias, incluso decenas de metros, utilizando las fuerzas capilares para bombear un fluido a través de un circuito cerrado [LIA 2010]. Este dispositivo se basa en el principio de capilaridad para la extracción de calor de una fuente y disiparla pasivamente a través de un condensador o radiador. Tienen la capacidad de proporcionar operatividad a lo largo de grandes distancias incluso con diferencias de temperaturas pequeñas y son capaces incluso de trabajar en ausencia de gravedad [KU 1999].

El LHP es básicamente un sistema de refrigeración. Desde grandes y potentes LHP's hasta micro-LHP's han sido desarrollados y empleados con éxito en multitud de aplicaciones, tanto espaciales como en tierra: para refrigeración de satélites, overcrafts, electrónica compacta (móviles, portátiles, etc.) [MAY 2005]. Los campos donde se encuentran los LHP's perfectamente implantados o donde existe una alta potencialidad de ser integrados son refrigeración de ordenadores u otros dispositivos electrónicos, sistemas de calentamiento para diferentes aplicaciones y como recuperadores de calor de bajo rendimiento, a destacar entre otros [MAY].

En teoría, estos dispositivos tienen una vida útil de más de 15 años y son capaces de llevar a cabo el transporte de calor a distancias de 10 metros de media, con un rango de temperaturas desde la criogenia hasta los 220°C.

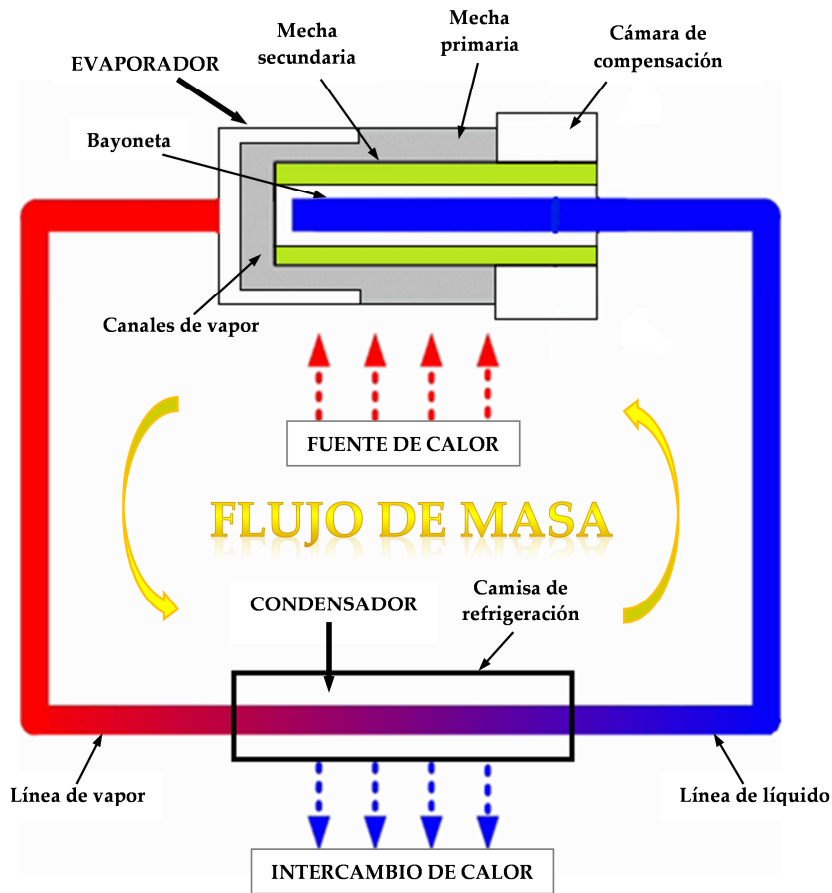


Figura 2-1. Esquema funcional básico de un Loop Heat Pipe

2.1. Componentes y funcionamiento de los LHP's

La finalidad principal de estos dispositivos es la estabilidad y control de la temperatura de un sistema superior. La figura 2-1 muestra el flujo esquemático de un LHP, el cual consiste en un evaporador, un condensador, una cámara de compensación y líneas de transporte de líquido y vapor.

Solamente el evaporador y la cámara de compensación contienen mechas (también

denominadas *wicks*), el resto de los dispositivos están fabricados con paredes de espesor fino. La mecha es el componente más importante en el evaporador. Es una estructura porosa de metal, cerámica o plástico.

La mecha del evaporador está fabricada con poros finos con el propósito de utilizar la capilaridad para hacer circular el fluido a través del dispositivo, mientras que la mecha situada en la cámara de compensación está fabricada con poros de tamaño grueso para poder controlar la entrada y salida del fluido.

El funcionamiento de un LHP se basa en el efecto diodo, es decir, la transmisión de calor en una sola dirección, hacia el evaporador. La sección central de la mecha cilíndrica, denominada núcleo o *core*, recibe el fluido de la línea de líquido. El calor entra en éste y vaporiza el fluido de trabajo en la superficie exterior de una mecha porosa, la mecha primaria del evaporador. El menisco formará una interconexión entre el líquido con el vapor, y se utilizará la capilaridad para transportar dicho vapor. Éste es conducido mediante un sistema de ranuras mecanizadas entre el evaporador y la mecha a un colector, donde se sitúa la salida del evaporador. El vapor abandona el colector a través de una línea de transporte que conecta el evaporador con el condensador, que a su vez está conectado térmicamente a un foco frío, que puede ser una placa fría, un radiador o un cambiador de calor. Es ahí donde se condensa el fluido de trabajo, y el calor es disipado por el radiador; el líquido retorna al evaporador a través de la línea de transporte de líquido [AMB 2012, KU 1999].

Existe una cámara de compensación en uno de los extremos del evaporador. No es más que un depósito bifásico, acoplado térmicamente e hidrodinámicamente al núcleo del evaporador. Este acoplamiento provoca que la temperatura y la presión en el núcleo del evaporador y en la cámara de compensación sea la misma durante el estado estacionario. La cámara de compensación es básicamente una extensión del núcleo. Idealmente, una cámara de compensación debería tener un buen acoplamiento térmico con el núcleo y, a la vez, una débil conexión con el resto del evaporador. La cámara de compensación está especialmente diseñada para operar a una temperatura más baja que la del evaporador y el condensador. En consecuencia, la baja presión de saturación en esta cámara atrae la condensación al condensador y el fluido vuelve por la línea de líquido al evaporador [KU 1999]. El objetivo principal de la cámara de compensación es alojar el volumen del fluido de trabajo en exceso del circuito por dos razones principales: para intercambiar (recibir o reponer) fluido con el condensador dependiendo del valor de la carga térmica del

evaporador, y para acomodar a los cambios de densidad del fluido con la temperatura [AMB 2012].

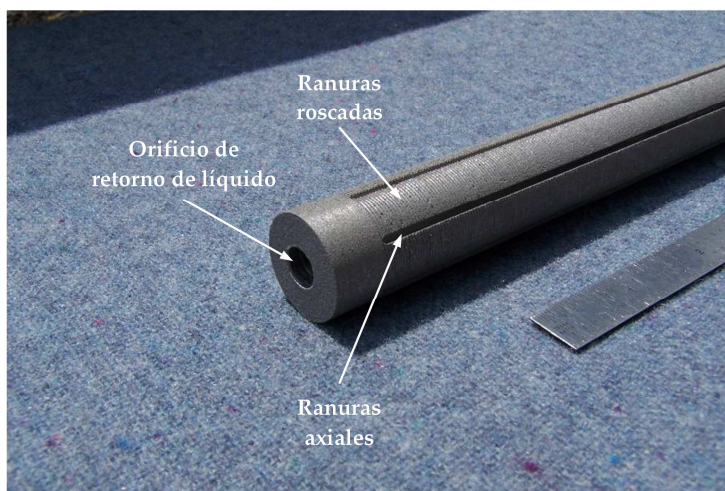


Figura 2-2. Detalle de una mecha para un LHP

Para continuar con la función del sistema, la mecha en el evaporador deberá desarrollar una presión de capilaridad que venza la caída total de presión del sistema. Una de las ventajas de la capilaridad, es que permite al menisco ajustar automáticamente el radio de la curvatura haciendo que la presión de capilaridad se iguale a dicha caída total de presión. Ésta sería la suma de las caídas de presión fraccionales en el evaporador, en las líneas de vapor, el condensador, las líneas de líquido y la mecha del evaporador, más la caída de presión estática del sistema debida a la gravedad. La caída total de presión en el sistema es próxima a 0,5bar, lo cual impone ciertos requisitos en la porosidad como se verá más adelante [KU 1999].

El fluido fluye hacia la bayoneta, el orificio por donde se alimenta la mecha manteniéndola empapada. La cámara de compensación está integrada en el evaporador siendo conectada hidráulicamente a éste a través de una mecha secundaria. Las mechas secundarias son mechas optativas. Dicha mecha une la cámara de compensación con la primaria. El líquido que regresa desde el condensador, siempre fluye a través de la cámara de compensación antes de llegar al evaporador. La mecha secundaria produce el enlace entre la cámara de compensación y el evaporador, haciendo que el evaporador siempre se encuentre

lleno de líquido. El fluido de trabajo en exceso se acumula en esta cámara de compensación, pero además, la cámara ayuda a controlar la operación de temperatura del sistema. Finalmente, el líquido dentro de la mecha retorna a la superficie exterior para reponer el fluido evaporado y cerrar el bucle [KU 1999].



Figura 2-3. Distintas mechas para LHP's

Los LHP'S están diseñados para que la mecha primaria esté siempre empapada, de este modo, el *wick* empieza a funcionar en el mismo momento en que se produce la aplicación de potencia en el evaporador. Con esta finalidad, debe fijarse correctamente el volumen de la cámara de condensación y la carga de fluido de trabajo, debe asegurarse que siempre exista líquido en la cámara de compensación.

Se puede deducir que el objetivo principal de una mecha es proveer la presión capilar suficiente para que el fluido de trabajo circule a través del sistema, para generar así una capa de líquido evaporado. De ahí, se extrae una cercana relación entre el diseño de la estructura de la mecha y la capacidad de transferencia de calor de un LHP [YEH 2009].

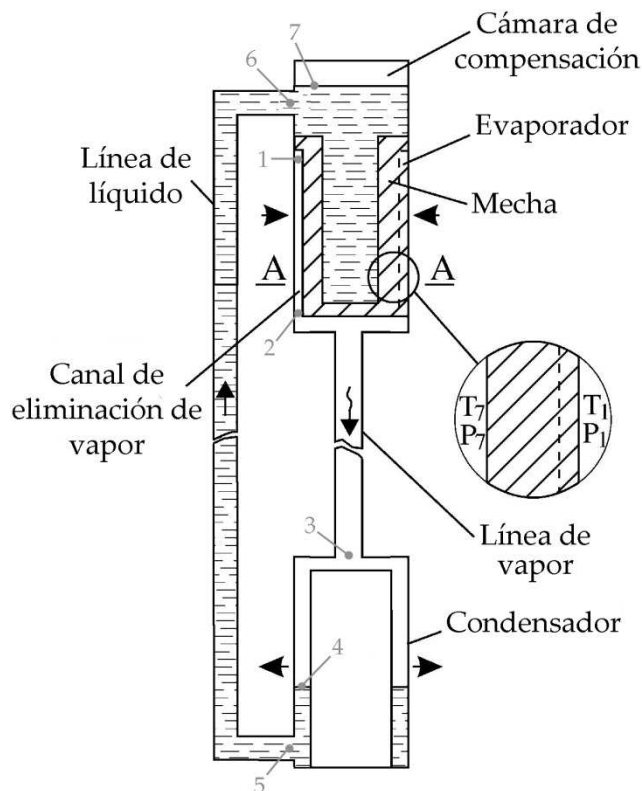


Figura 2-4. Esquema analítico de un LHP [LIA 2010]

En ausencia de calor aplicado, la superficie libre del fluido de trabajo en un LHP se sitúa en el nivel A-A (figura 2-4), localizado en la línea del fluido y en el evaporador como vaso conductor. En este caso, la mecha está saturada y la línea de vapor y el condensador están totalmente llenos. Si se aplica una carga térmica a la cámara de compensación, el líquido comienza a evaporarse desde la mecha, tanto a la zona de evaporación como a la cámara de compensación. En este caso, la mecha sirve como un bloqueador térmico. Al mismo tiempo, el vapor no puede pasar a la cámara de compensación a través de la mecha saturada, debido a las fuerzas capilares que mantienen el líquido en él. Esta es otra función de la mecha, la de tapón hidráulico. Las diferencias de presión causan el desplazamiento del fluido desde la línea de vapor y el condensador, hasta la cámara de compensación [MAY 2005].

Para analizar el funcionamiento de un LHP es conveniente consultar el diagrama P-

T de la figura 2-5:

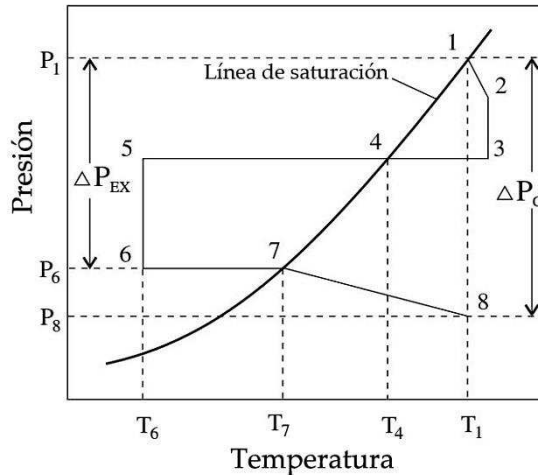


Figura 2-5. Diagrama del ciclo de trabajo de un LHP [MAY 2005]

El punto 1 en la línea de saturación determina los parámetros del vapor P_1 , T_1 sobre la superficie de evaporación de la mecha. La sección 1-2 se corresponde con el movimiento del vapor dentro del sistema de eliminación de vapor. El vapor continúa a lo largo de las paredes del evaporador, donde un descenso de temperatura es acompañado de un corto supercalentamiento. La sección 2-3 puede ser considerada un proceso isotérmico, debido al acoplamiento térmico entre el evaporador y el condensador, así como su pérdida de presión que puede ser considerada insignificante. El fluido de trabajo es condensado y en el tramo 4-5 será superenfriado. El desplazamiento del fluido por la línea de fluido suele ser considerado un proceso isotérmico, aunque en la mayoría de casos puede presentar un considerable calentamiento o enfriamiento respecto al medio que lo rodea. El fluido en la cámara de compensación aumenta su temperatura debido al calor aplicado al evaporador. El tramo 7-8 se corresponde con el filtrado del fluido a través de la mecha hacia la zona de evaporación. En este proceso el fluido suele supercalentarse, pero su evaporación no tiene lugar debido a la corta duración de este tramo. Por último, el punto 8 determina el estado del fluido de trabajo en las inmediaciones del menisco. La caída de presión corresponde al valor total de las pérdidas de presión en todo el circuito del fluido de trabajo [MAY 2005].

2.2. Características de las mechas

Las funciones principales de la mecha son la función de barrera, la de sellado interno y la de distribución del fluido [SIN 2013].

- La función de barrera térmica consiste en minimizar el escape de calor de la zona de evaporación hacia la cámara de compensación.
- La función de sellado interno se basa simplemente en separar las fases líquidas.
- Y por último, la función de distribución del fluido la cual consiste en formar vapor dentro del evaporador y propagar el fluido en la zona calentada del evaporador.

Para poder satisfacer estas funciones la estructura de la mecha debe poseer estas propiedades físicas:

1) **Tamaño fino de poro:** para poder producir una presión capilar igual o superior a la pérdida de presión presentada por el fluido a lo largo de todo su recorrido en el sistema, con la mayor carga térmica posible del mismo.

2) **Alta porosidad:** para una hidratación eficaz de la mecha y una menor conductividad efectiva de la misma una vez se encuentre saturada, reduciéndose así las pérdidas de la zona activa a la cámara de compensación.

3) **Alta permeabilidad:** para reducir la caída de presión durante el proceso de infiltración a través de la mecha.

4) **Baja conductividad térmica:** con el objetivo de reducir la recirculación de fluido desde la zona de evaporación a la cámara de compensación.

5) **Adecuada tolerancia geométrica:** estableciendo así una buena conexión entre la mecha y los conductos de vapor, y proveer un sellado interno adecuado entre la fase líquida (cámara de compensación) y la fase en vapor (canal de extracción de vapor).

Debe resaltarse que la permeabilidad disminuye si se produce un descenso del tamaño de poro. Además, los requerimientos de alta porosidad y tamaño pequeño de poro son también contradictorios, ya que una alta porosidad producirá un gran tamaño de poro. Por esto, se requiere una acertada combinación de ambos factores para posibilitar una mecha con propiedades satisfactorias para el correcto desempeño de sus funciones. [MIS 2010]

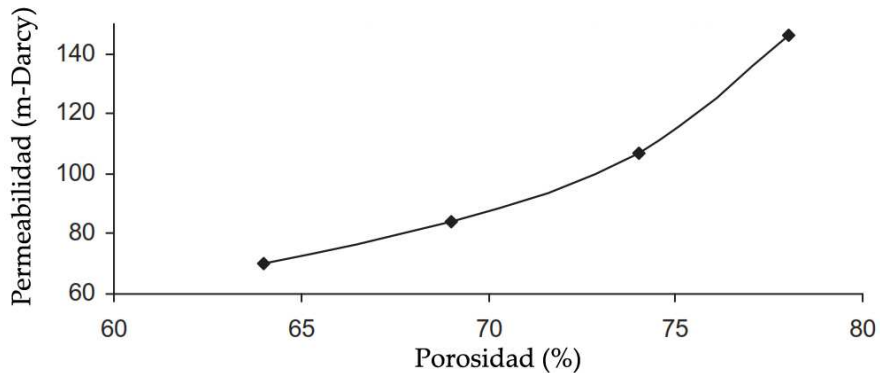


Figura 2-6. Relación entre porosidad y permeabilidad [MIS 2010]

La caída de presión en la mecha es un valor extremadamente importante para el balance global de presiones en un LHP. La permeabilidad K está relacionada directamente con la porosidad de la estructura capilar, la cual viene determinada por el ratio de volumen de poros y el volumen total de mecha. Viene dado por:

$$K = \frac{2 \cdot \varepsilon \cdot r_h^2}{f_l \cdot R \cdot e_l} \quad (2-1)$$

Siendo f_l el factor de fricción. Dado el pequeño tamaño de poro de la mecha y el bajo radio hidráulico debido a una baja velocidad del fluido, el flujo debe considerarse laminar. De ahí, que el valor de $f_l \cdot R \cdot e_l$ dependa sólo del caudal [VAS 2009].

La mecha secundaria está sumergida en un líquido y no necesita de grandes presiones capilares para llevar el líquido a la mecha primaria, por lo que el tamaño de poro no necesita ser pequeño.

2.3. Ventajas y claves del éxito

Entre las ventajas de la utilización de los dispositivos LHP's, destacan las siguientes [AMB 2012, BIE 1998, MAY]:

- Alta capacidad de transmisión de calor
- No contienen partes móviles mecánicas.

- Bajo consumo específico de materiales
- Alta fiabilidad en el funcionamiento
- No requiere un servicio continuado en el tiempo.
- Prácticamente recursos de funcionamiento ilimitados
- Gran adaptabilidad
 - Amplias oportunidades para varios diseños, pueden variarse la disposición de los elementos.
 - El pequeño diámetro de las líneas de transporte permite una distribución de tuberías compleja.
 - Baja sensibilidad a los cambios de posición en el espacio
 - La capacidad de trabajar a lo largo de grandes distancias y en ausencia de gravedad; al ser los LHP's menos sensibles a la gravedad que otras tuberías de transferencia de calor, eso hace posible su uso en naves espaciales.
 - La posibilidad de incorporar secciones flexibles en las líneas de transporte.
 - Presenta pocas pérdidas hidráulicas en el recorrido del fluido por el circuito.
 - Alta transferencia de calor

Una de los principales méritos de este diseño, es que el sistema puede iniciarse directamente aplicando energía en el evaporador sin necesidad de un acondicionamiento previo, y que el evaporador es tolerante a las burbujas de vapor que puedan aparecer en el fluido. Esto se debe a que la mecha primaria está hecha de material metálico con una alta conductividad térmica, por lo que la evaporación del líquido normalmente tendrá lugar en el centro del evaporador y las burbujas aparecerán en dicha zona. Para prevenir la acumulación de burbujas de vapor en el centro del evaporador, la segunda mecha está diseñada para que incorpore varias arterias de vapor que permitan que las burbujas sean ventiladas hacia la cámara de compensación.

En cualquier caso, existan o no burbujas, el centro del evaporador puede ser considerado como una extensión de la cámara de compensación, y ambos tienen la misma presión absoluta durante la operación.

El mérito de este método es que no necesita el trabajo de una bomba externa, ya que el efecto de la capilaridad ejercida en la mecha actúa como bomba. La ventaja

de no necesidad una bomba reside en el hecho de eliminar en lo posible elementos móviles susceptibles de romperse o producir fallos en los equipos y los consecuentes inconvenientes de su reparación y/o sustitución. Eso sí, para poder cumplir con su función, se requiere pequeño tamaño de poro, así como gran porosidad y capilaridad. Estas características son las que aseguran su capacidad de bombeo por capilaridad para que una mecha funcione correctamente en los LHP's [KIS 2010].

Debe existir un balance entre capilaridad y permeabilidad de la mecha. La capilaridad es la propiedad por la cual, la superficie libre de un líquido puesto en contacto con un sólido sube o baja en las proximidades de éste. Su efecto es especialmente visible en el interior de tubos capilares o entre dos láminas muy próximas. Por otro lado, la permeabilidad es la capacidad de un líquido de atravesar un material a través de los poros. Una mecha ideal para un LHP debe mostrar conductividad térmica baja (para minimizar las pérdidas de calor hacia el núcleo del evaporador), alta permeabilidad (para minimizar las caídas de presión en la mecha), y tamaño de poro reducido (para maximizar el bombeo mediante capilaridad) [AMB 2012, LIA 2010].

La capilaridad y la permeabilidad de las mechas porosas son dos parámetros importantes en los dispositivos de transferencia de calor de dos fases, los cuales determinan el cumplimiento de la transferencia del calor. Cuanto menor sea el tamaño del poro, mayor será la capilaridad. Así pues, si la permeabilidad aumentase, esto haría aumentar la porosidad y el tamaño de poro de la muestra [MIS 2010].

Aunque no haya ningún equipo estándar para la medida de la capilaridad de las mechas porosas, la ecuación de Laplace-Young se utiliza para calcular la presión de capilaridad [TAN 2013], siendo la tensión superficial del fluido con el que se trabaja, σ , y el diámetro medio del poro, d .

$$\Delta p = 4\sigma/d \quad (2-2)$$

2.4. Materiales empleados

Para el correcto funcionamiento de una mecha, éstas deben de tener una alta permeabilidad y porosidad, así como un alto ratio de poros pequeños ($10\mu\text{m}$).

Mediante técnicas pulvimetalúrgicas, suelen cumplirse con facilidad estos requisitos. Los materiales más habituales para la fabricación de mechas son aleaciones de aluminio, níquel, titanio, cobre o acero inoxidable. Con estos, se pueden obtener resultados muy satisfactorios para una alta capilaridad, en torno a radio efectivo de $10\mu\text{m}$ y un 75% de porosidad y permeabilidad.

El material más empleado como elemento estructural del LHP es el acero inoxidable, el cual puede ser sometido a diferentes tipos de soldadura además de poseer suficiente resistencia. La principal desventaja es su baja conductividad térmica [MAY 2005].

El cobre es el nuevo material en boga en la mayoría de estudios actuales de fabricación de LHP's. De hecho, fue uno de los materiales más utilizados, pero se desechó durante un tiempo debido a su alto coste.

El níquel y el titanio son muy utilizados en la fabricación de mechas debido a su estructura capilar con poros de pequeño tamaño, alta resistencia y por su compatibilidad con fluidos de trabajo de baja temperatura [MAY 2005]. Comparando el coeficiente de transmisión de calor de las mechas de titanio y níquel, se puede observar que las primeras son mejores que las segundas. El titanio tiene un mayor tamaño efectivo de poro y mayor permeabilidad pero menor conductividad térmica, lo que predomina dando un mejor resultado global [KIS 2010].

Además, el níquel es muy habitual debido a su alta "capacidad" para ser sinterizado con alta porosidad y fino tamaño de poro, por su coste medio y por su alta disponibilidad en diferentes granulometrías [SIN 2013].

Para reducir el nivel de temperatura de operación de los LHP's es conveniente utilizar fluidos con valores altos de dP/dT en un rango de temperatura menor de 80°C . El fluido de trabajo más eficiente en el rango de temperaturas entre -20°C y $+80^{\circ}\text{C}$ es el amoníaco, el cual funciona bien en su uso con los materiales anteriormente nombrados: acero inoxidable, níquel, titanio o aluminio [MAY 2014].

Otros fluidos de trabajo como neón, oxígeno, nitrógeno, metano, etano, propano, propileno, freón 152A, freón 11, n-pentano, acetona y tolueno son también adecuados para los LHP's [MAY 2005].

2.5. Necesidades futuras

Los LHP's se han convertido en un elemento de control de temperatura atractivo, entre toda la variedad de opciones posibles. Pero hasta la fecha, el uso de LHP's como sistemas de control térmico queda restringido a un intervalo de temperatura determinado, con capacidad limitada tanto del transporte de calor como del control de temperatura.

El parámetro principal a tener en cuenta es el alto valor de la presión, el cual afecta considerablemente a evaporadores con una gran superficie plana. El incremento del espesor de la pared del evaporador hará que el evaporador pueda resistir la presión, consiguiendo a la vez aumentar la resistencia térmica, afectando al rendimiento de intercambio de calor en el evaporador [MAY 2001].

Por todo lo anterior, se implica la necesidad, dada la evolución de la tecnología, las mayores potencias requeridas y las nuevas condiciones de trabajo, de buscar nuevos diseños que combinen nuevas tecnologías, materiales y componentes, entre ellos fluidos de trabajo, que supongan, principalmente:

- Ampliación del intervalo de temperatura en el que un LHP puede ser utilizado como dispositivo de control térmico
- Aumento de la capacidad de transferencia de calor
- Control más preciso de la temperatura

Por todo lo anterior es necesario desarrollar una nueva familia de materiales y aplicar nuevas tecnologías para la fabricación de las mechas de estos dispositivos.

2.6. Timeline

El primer LHP surge en 1972 en la antigua Unión Soviética, cuando el primer dispositivo de una longitud de 1,2m y una potencia de 1kW, con agua como fluido de trabajo, fue creado y probado con resultado satisfactorio por los científicos rusos Gerasimov y Maydanik en el instituto politécnico de los Urales [MAY 2005].

Tabla 2-1. Estado del Arte de LHP entre 1998-2010

Autores	Año	Fluido trabajo	Evaporador	Surco de vapor		Condensador		Estudio		Estudio									
				Mecha porosa	Muro del evaporador	Intercambiador de calor por aire	Intercambiador de calor por líquido	Estacionario	Transitorio	Capacidad de actuación	Testeo de la potencia del ciclo	Arranque	Oscilaciones	Histéresis	Gravedad	Fluido de carga	NCG	Material poroso	Fluido de trabajo
Baker	1998	NH3	Cilíndrico					x	x		x	x							
Cheung	1998	NH3	Cilíndrico				x	x	x		x	x		x					
Wrenn	1999	NH3	Cilíndrico				x		x		x								
Pauken	2000	NH3	Cilíndrico				x		x			x			x			x	x
Ku	2001	NH3	Cilíndrico		x				x		x	x	x			x			
Rodríguez	2001		Cilíndrico				x	x	x	x	x		x						x
Delil	2002		Plano (CC en espesor)		x		x	x							x			x	
Chuang	2003	NH3	Cilíndrico con bayoneta				x	x	x				x		x				
Delil	2003	NH3	Cilíndrico y Plano (CC en espesor)				x	x			x				x				
Kaya	2003	NH3	Cilíndrico				x	x	x		x	x			x				
Oguahi	2003	NH3	Cilíndrico con mecha secundaria	x			x	x	x		x				x				
Pasthukhov	2003	NH3	Cilíndrico			x	x	x							x			x	x
Boo	2004		Plano (CC en espesor) con bayoneta		x		x	x	x	x					x	x		x	x
Lee	2004		Plano (CC en espesor)		x		x	x	x	x						x		x	
Mishkinis	2004	NH3	Cilíndrico				x	x	x				x		x				
Zhang	2004	NH3	Cilíndrico con bayoneta				x	x	x				x	x		x			
Hsu	2005		Plano (CC en longitud)				x	x	x									x	x
Rhiel	2005		Cilíndrico con bayoneta	x			x	x	x	x	x								
Chen	2006	NH3	Cilíndrico con bayoneta y mecha secundaria		x		x	x	x	x		x	x		x				x
Nagano	2007	NH3	Cilíndrico con bayoneta		x		x		x		x				x				
Pasthukhov	2007		Cilíndrico y Plano (CC en longitud)	x			x		x		x								x
Rhiel	2007		Plano (CC en espesor)		x		x		x		x								x
Vershinin	2007a		Cilíndrico y Plano (CC en espesor)				x	x	x		x				x				x
Vershinin	2007b	NH3	Cilíndrico				x				x			x		x			
Bai	2008	NH3	Cilíndrico con bayoneta	x			x		x				x			x			
Entremont	2008	NH3	Cilíndrico con bayoneta				x	x	x				x		x				
Joung	2008		Plano (CC en longitud) con bayoneta		x		x	x	x	x		x				x			
Singh	2008		Plano (CC en espesor)		x		x		x	x	x	x	x	x					
Tanaka	2008		Cilíndrico	x			x		x			x							
Vasilev	2008		Cilíndrico con bayoneta	x				x	x	x	x	x	x	x				x	x
Yeh	2008	NH3	Cilíndrico con bayoneta					x	x		x							x	
Adoni	2009		Cilíndrico con bayoneta		x			x	x	x	x					x			
Huang	2009		Cilíndrico				x			x			x	x					
Maydanik	2009	NH3	Cilíndrico			x		x		x		x						x	x
Yeh	2009	NH3	Cilíndrico	x				x	x		x							x	
Becker	2010		Plano (CC en longitud)		x			x	x		x					x			x
Celata	2010		Plano (CC en espesor)			x		x		x			x	x			x		
Choi	2010		Plano (CC en espesor)		x		x		x	x			x						
Li	2010		Plano (CC en espesor)	x			x		x	x	x		x	x	x				
Lin	2010	NH3	Cilíndrico con bayoneta					x	x	x	x				x				x
Maydanik	2010		Plano (CC en longitud)					x	x		x								
Nagano	2010		Cilíndrico	x				x		x		x	x						
Pasthukhov	2010		Plano (CC en longitud)				x		x	x	x					x			x
Singh	2010		Plano (CC en espesor)			x		x		x			x					x	
Joung	2010a		Plano (CC en longitud)			x		x	x	x	x		x	x		x			x

Esta tecnología se desarrolló en los años 80 [MAY 1985], aunque fue en los 90 cuando en los Estados Unidos tuvo verdadero auge esta novedosa invención. Los primeros experimentos con LHP's estuvieron principalmente centrados en la caracterización de la funcionalidad y el comportamiento cuando están sometidos a las condiciones del espacio. Por razones económicas, los LHP's no fueron descritos de forma exhaustiva. Estos estudios sobre el desarrollo del proceso, no permitieron obtener suficiente información para poder hacer una reflexión seria sobre las operaciones y estudiar cómo optimizarlos [LAU 2007, LAU 2011].

Mientras que las aplicaciones espaciales han forzado el desarrollo de los LHP's, también se ha extendido su uso al campo de control térmico de componentes electrónicos para dispositivos terrestres generando un gran interés entre los investigadores. Desde el año 2000 ha habido una intensificación en las investigaciones sobre dichos dispositivos. Actualmente se comparte más información sobre el diseño y dimensionamiento de los LHP's. Los estudios más relevantes de los LHP's se muestran en la tabla 1.

Puede observarse que la evolución de los LHP's se debe a diversos estudios acerca el evaporador, el condensador y la cámara de compensación. Aunque inicialmente la cámara de compensación fue diseñada de forma cilíndrica (tanto por facilidad en la fabricación, como por la fuerza mecánica que aparecía al utilizar el amoníaco como fluido de trabajo), han aparecido una gran cantidad de configuraciones diversas en los últimos años. La diversidad de dichos diseños se debe a la búsqueda del óptimo control térmico en Tierra al usar otros fluidos de trabajo, haber alta densidad del flujo, etc.

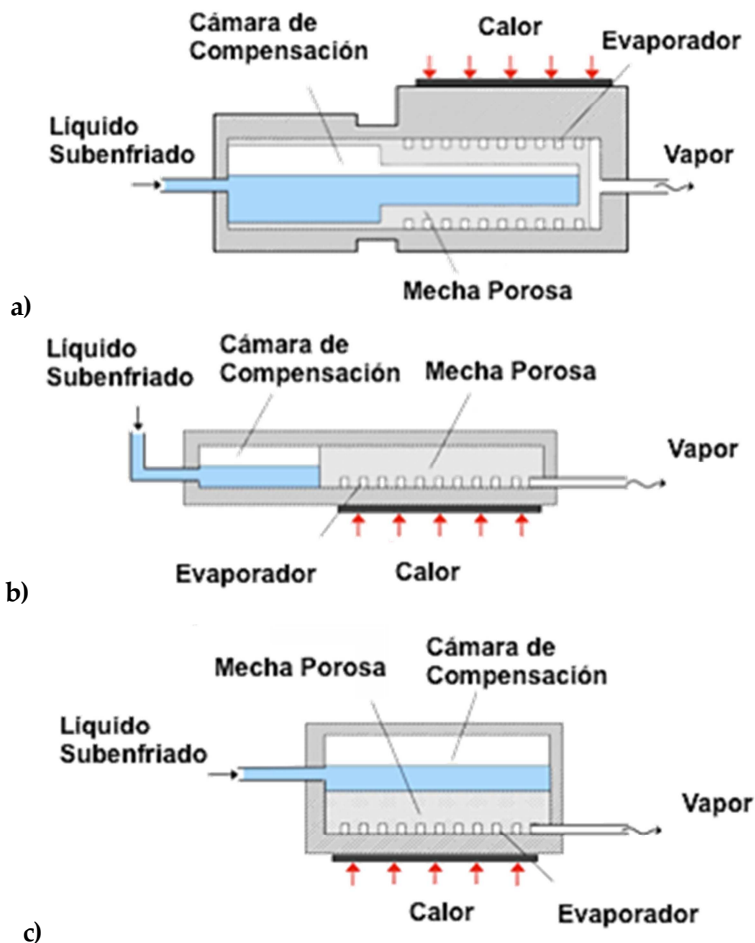


Figura 2-7. Evolución de la cámara de compensación:

- a) E/CC con forma cilíndrica
- b) E/CC con forma plana y tanque en la extensión del evaporador
- c) E/CC con forma plana y tanque en el espesor del evaporador

La evolución de la cámara de compensación, figura 2-7, ha sido la siguiente:

- La cámara de compensación se fabrica con forma cilíndrica y se sitúa como extensión del evaporador.
- La cámara de compensación se aplanan y se coloca junto al depósito, a lo largo de la extensión del evaporador.

- La cámara de compensación con forma plana va con un depósito situado en el espesor del evaporador, siendo el evaporador cuadrado, rectangular o circular.

Esta evolución de la cámara de compensación se debe a la utilización de diversos tipos de fluidos de trabajo, a la durabilidad, a las limitaciones térmicas y medioambientales, a la economía tanto por los costes de producción como por el peso, al rendimiento de la transferencia de calor y a la elección de materiales.

Aunque exista una gran diversidad de estudios experimentales sobre el diseño de los LHP's y sus dimensiones, además de cómo actúan, existe poca información sobre la capilaridad de las mechas, las conexiones hidráulicas del evaporador y el depósito, y la resistencia térmica del evaporador.

En 2003, Hoang y Ku habían compilado información sobre la porosidad de los materiales, la cual reseñaba la dependencia de la permeabilidad con el diámetro del poro, dando importancia a la naturaleza del material poroso utilizado en la estructura de los LHP's, siendo el Níquel sinterizado el más usado, seguido de polímeros (polietileno, polipropileno,...), titanio, cobre, acero inoxidable, óxido de hierro, latón y níquel-cromo [HOA 2003]. La selección de las óptimas propiedades porosas es un parámetro crítico para la funcionalidad de un LHP. Según esa investigación, las propiedades necesarias para una mecha son:

- Pequeño diámetro de poro para garantizar gran capilaridad
- Gran porosidad y permeabilidad para bajas resistencias hidráulicas
- Baja conductividad térmica para minimizar que el calor residual se transmita a través de la mecha porosa

Pasthukhov analizó el uso del amoníaco como fluido de trabajo, en lugar de la acetona, en un mini LHP con una mecha porosa fabricada de acero inoxidable, obteniendo mejores resultados. La presión aumentaba pero disminuía la resistencia térmica del mini LHP [PAS 2003].

En 2004, se realizó un análisis térmico-mecánico para el diseño de un generador de vapor integrado en el reactor, usando mechas porosas de acero inoxidable [KIM 2004].

En 2005, el experto Maydanik propone una clasificación de los LHP's según la configuración, diseño de los componentes, nivel de temperatura y estrategia de control [MAY 2005]. La clasificación sería:

- Según el diseño del LHP
- Según dimensiones del LHP
- Según forma del evaporador
- Según diseño del evaporador
- Según diseño del condensador
- Número de evaporadores y condensadores
- Según rango de temperatura
- Según control de la temperatura de la operación

En 2008, se analizan los LHP's con unas mechas planas bifaciales, usando una temperatura menor pero con mayor rango de operación en el depósito del fluido gracias a la estructura de la mecha porosa y al evaporador [JOU 2008].

Un año después, se realizó un estudio sobre la caracterización de mechas monoporosas y biporosas, el efecto de la distribución del tamaño de poro de las mechas biporosas en la funcionalidad de los LHP's y finalmente hizo una comparación entre ambas [YEH 2009]. También se analizaron las diferencias entre la fabricación de mechas porosas de níquel-cobre usando los métodos de *Loose Sintering* y *Cold-Pressing*. Las mechas fabricadas por *Loose Sintering* tenían menor porosidad y permeabilidad, pero mayor radio de poro que las sinterizadas mediante *Cold-Pressing*. Además, también se observa que los parámetros pueden predeterminarse con este método de fabricación. Con el método de *Loose Sintering*, la porosidad y la permeabilidad disminuirán con el incremento de temperatura de sinterización y tiempo de sinterización [GON 2009].

En 2010 se estudiaron las variaciones de la orientación del evaporador y la cámara de compensación en el encendido de un LHP con varias cargas de calor. También la funcionalidad del LHP dependiendo del fluido, la orientación del evaporador y cámara de compensación, así como también un análisis de las oscilaciones temporales con mechas porosas de acero inoxidable [CEL 2010]. También se estudió el control de la cámara de compensación en la temperatura de operación con evaporadores bifaciales planos, el efecto de gases no condensables y el comportamiento de las oscilaciones [JOU 2010].

Tang analizó en el 2013 las mechas utilizando una composición de microramales V y polvo sinterizado. Se diseñó un método basado en la extrusión para la fabricación de dichas mechas. La caracterización de las mechas fue realizada midiendo la capilaridad utilizando un método de rayos infrarrojos. El efecto de la geometría de

los ramales, la temperatura de sinterización y el tiempo de funcionamiento de la capilaridad fueron los puntos analizados para la optimización del diseño. La principal conclusión fue que los microramales V fabricados con dicho método de extrusión, resultaban una opción más económica que mediante la fabricación habitual de los mismos [TAN 2013].

La investigación sobre preparación de mechas porosas para LHP's está centrada en los métodos de sinterización, selección de materiales y proceso de sinterización. Los métodos más usados para la preparación de las estructuras porosas siguen siendo *Loose Sintering* y *Cold-Pressing*. En comparación con el *Cold-Pressing*, el *Loose Sintering* es más apropiado para la fabricación de mechas porosas cilíndricas, aunque este método no es apropiado cuando la longitud con el diámetro es diez veces o mayor, debido a su baja densidad de compactación, lo cual hace que aparezcan grietas en la superficie y rupturas después de la sinterización. Así pues, se utiliza el método de *Tap-powder Sintering* para realizar mechas con gran L/D. Con este método, se construyeron mechas porosas ($L/D=10$) para investigar la influencia de la temperatura de sinterización [MIS 2010]. Hay estudios anteriores que también recogen la influencia de la temperatura de sinterización y el tipo de polvo de níquel en la preparación de mechas porosas tubulares usando este método [REI 1999].

Se analiza la influencia de la densidad de compactación en la temperatura de sinterización, permeabilidad y presión de compactación en mechas de acero inoxidable [YU 2012]. Aunque el investigador Zeng años antes ya había demostrado que la densidad de compactación es un parámetro a tener muy en cuenta en el control de la porosidad para mechas de titanio [ZEN 1992]. Se contempla que con el incremento de la densidad de compactación, la permeabilidad disminuye y la capilaridad aumenta. Al disminuir la densidad de compactación, la conductividad térmica y el coeficiente de difusión térmica aumenta [WAN 2014].

2.7. Referencias

- [AMB 2012] AMBIRAJAN, A. et al. *Loop heat pipes: A review of fundamentals, operation, and design*. Heat Transfer Engineering, **33**(4-5), p. 387-405, 2012.
- [BIE 1998] BIENERT, W.B. *Proceedings of the space technology and applications*. International Forum, American Institute of Physics. 1998.
- [CEL 2010] CELATA, G.P., M. CUMO y M. FURRER. *Experimental tests of a stainless steel loop heat pipe with flat evaporator*. Experimental Thermal and Fluid Science, **34**(7), 2010, p. 866-878.
- [GON 2009] GONGMING, X. et al. *Development of sintered Ni-Cu wicks for loop heat pipes*. Technological Sciences. 2009. **2-5**.
- [HOA 2003] HOANG, T.T. y J. KU. *Heat and mass transfer in loop heat pipes*. Proceedings of the ASME Summer Heat Transfer Conference, 2003, p. 485-493.
- [JOU 2008] JOUNG, W., T. YU y J. LEE. *Experimental study on the loop heat pipe with a planar bifacial wick structure*. International Journal of Heat and Mass Transfer, **51**(7-8), 2008, p. 1573-1581.
- [JOU 2010] JOUNG, W., T. YU y J. LEE. *Experimental study on the operating characteristics of a flat bifacial evaporator loop heat pipe*. International Journal of Heat and Mass Transfer, **53**(1-3), 2010, p. 276-285.
- [KIM 2004] KIM, Y.W., et al. *A thermo-mechanical analysis for a nozzle header of a once-through steam generator designed for an integral reactor*. Proceedings of the 2004 International Congress on Advances in Nuclear Power Plants, 2004, p. 1950-1956.
- [KIS 2010] KISEEV, V.M., V.V. VLASSOV e I. MURAOKA. *Experimental optimization of capillary structures for loop heat pipes and heat switches*. Applied Thermal Engineering, **30**(11-12), 2010, p. 1312-1319.
- [KU 1999] KU, J. *Operating Characteristics of Loop Heat Pipes*. 29th International Conference on Environmental System, USA, 1999.
- [LAU 2007] LAUNAY, S., V. SARTRE y J. BONJOUR. *Parametric analysis of loop heat pipe operation: a literature review*. International Journal of Thermal Sciences, **46**(7), 2007, p. 621-636.
- [LAU 2011] LAUNAY, S. y M. VALLÉE. *State of the art experimental studies on loop*

heat pipes. *Frontiers in Heat Pipes*, **2**(013003), 2011, 27 p.

[LIA 2010] LIA, J. et al. *Effect of fabricating parameters on properties of sintered porous wicks for loop heat pipe*. *Powder Technology*, **204**(2-3), 2010, p. 241-248.

[MAY 1985] MAYDANIK, Y.F. et al. *Heat transfer apparatus*. Patent No.4515209. 1985.

[MAY 2001] MAYDANIK, Y.F., S.V. VERSHININ y M.A. CHERNYSHEVA. *Evaporation chamber of Loop Heat Pipe*. Russian Patent 2170401, 2001.

[MAY 2005] MAYDANIK, Y.F. *Loop heat pipes*. *Applied Thermal Engineering*, **25**(5-6), 2005, p. 635-657.

[MAY 2014] MAYDANIK, Y.F., CHERNYSHEVA, M. A. y PASTUKHOV, V.G. *Review: Loop Heat Pipes with flat evaporators*. 2014.

[MAY] <http://itp.uran.ru/l5-eng.htm>

[MIS 2010] MISHRA, D.K. et al. *Studies on the processing of nickel base porous wicks for capillary pumped loop for thermal management of spacecrafts*. *Advanced Powder Technology*, **21**(6), 2010, p. 658-662.

[PAS 2003] PASTUKHOV, V.G. et al. *Miniature loop heat pipes for electronics cooling*. *Applied Thermal Engineering*, **23**(9), 2003, p. 1125-1135.

[REI 1999] REIMBRECHT, E.G., M.C. FREDEL y E. BAZZO. *Manufacturing and microstructural characterization of sintered nickel wicks for capillary pumps*. *Materials Research*, **2**(3), 1999, p. 225-229.

[SIN 2013] SINGH, R., T. NGUYEN y M. MOCHIZUKI. *Capillary evaporator development and qualification for loop heat pipes*. *Applied Thermal Engineering*, **63**(1), 2014, p. 406-418.

[TAN 2013] TAN, Y. et al. *Effect of fabrication parameters on capillary performance of composite wicks for two-phase heat transfer devices*. *Energy Conversion and Management*, **66**, 2013, p. 66-76.

[VAS 2009] VASILIEV, L. et al. *Loop heat Pipe for Cooling of high-power electronic components*. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **52**(1-2), 2009, p. 301-308.

[WAN 2014] WANG, D. et al. *Influence of packing density on performance of porous*

wick for LHP. Powder technology, **258**, 2014, p. 6-10.

[YEH 2009] YEH, C.C., C.N. CHEN y Y.M. CHEN. *Heat transfer analysis of a loop heat pipe with biporous wicks*. International Journal of Heat and Mass Transfer, **52**(19-20), 2009, p. 4426-4434.

[YU 2012] YU, P.L., F.X. YIN y Z.F. WU. *Effect of apparent density of powder and shape of the particle on preparation and properties of sintered stainless steel porous material*. Powder Metallurgy Technology, **30**, 2012, p. 177-181.

[ZEN 1992] ZENG, J.B., C.P. WU y P.M. QIU. *Loose powder sintering of porous titanium plate*. Powder Metallurgy Technology, **10**(4), 1992, p.282-286.

3. CONTRIBUCIONES DE ESTA TESIS

Existen en la literatura científica y han sido desarrollados con éxito, muy diversos procedimientos para preparar productos porosos. Algunos de estos procedimientos se describen en el capítulo que sigue. De entre ellos, los que parten de polvos representan un número significativo. Como quiera, además, que el Grupo de Investigación donde se ha desarrollado esta tesis tiene amplia experiencia en Pulvimetalurgia, serán dichos procedimientos los que se exploren en este trabajo. Por cuestiones de tiempo, algunos de los procedimientos que se proponen han sido desarrollados sólo hasta la etapa de diseño de la investigación y primeras experiencias, mientras que otros han sido completamente desarrollados hasta la etapa experimental.

3.1. Materiales porosos

Según la IUPAC, se definen como un material cuya estructura porosa le confiere cierta funcionalidad [ISH 1998]. Se entiende por porosidad a la fracción del volumen de huecos respecto al total.

Los materiales porosos pueden clasificarse en diferentes categorías atendiendo al diámetro del poro, asumiendo ese valor como la distancia entre las paredes opuestas e internas, suponiendo poro cilíndrico o con otra configuración. Según la IUPAC:

Materiales microporosos.- Son aquellos cuyo diámetro de poro es inferior a 2nm.

Este tipo de poro es inherente a la propia estructura del material. Nuevas tecnologías como los procesos sol-gel y las deposiciones de capas finas, entre otras, sí permiten el control del tamaño y la forma de poro.

Materiales mesoporosos.- Poseen un diámetro de poro entre 2 y 50nm. Los poros no son inherentes a la estructura. Si bien, poseen un tamaño tan pequeño, que el control del tamaño no puede llevarse a cabo mediante las técnicas de fabricación de materiales porosos tradicionales.

Materiales macroporosos.- El diámetro de poro que presentan es superior a 50nm.

La porosidad no es inherente a la estructura del material y, de hecho, el concepto de micro y macroporosidad se refiere a otra escala de tamaños en la industria. La macroporosidad es aquella visible a simple vista, es decir, de tamaños del orden y superiores a las décimas de milímetro. La microporosidad se refiere a aquella que exige de un microscopio para ser observada.

En cuanto al volumen de la porosidad, se considera generalmente que productos con una porosidad inferior al 0,5% son de carácter monolítico o completamente densos. De ahí que, en general, los materiales obtenidos por fundición, aun teniendo porosidad, no se consideren materiales funcionales por su porosidad. En el extremo se posicionarían materiales formados con estructuras reticulares o fibrosas en los que el espacio hueco está por encima del 70%.

De igual forma, las estructuras reticulares también podrían considerarse materiales porosos. Si el tamaño que queda abierto en la estructura es lo suficientemente pequeño, no habría diferencia en considerarlo como poro. Pero, ¿dónde está el límite entre material macroporoso y estructura reticular? Sería muy difícil de determinar, pero lo que sí se puede concluir de las estructuras reticulares es la versatilidad de sus características físicas (tamaño de poro, profundidad de poro, porosidad total y la cobertura de superficie de los poros), así como la amplia gama de reacciones químicas superficiales para óxidos metálicos y metales nobles puros que permiten, además de poder ofrecer una gran oportunidad para lograr una adecuada funcionalización del material. No sólo eso, sino que también podrían proporcionar alternativas altamente prometedoras y complementarias a materiales basados en tecnologías algo más tradicionales. Esto podría abrir nuevas posibles rutas de fabricación resultando materiales porosos más económicos.

Dentro de los materiales metálicos porosos, se pueden establecer varias categorías, distinguiéndose [KEN 2012]:

- 1) Células metálicas
Son materiales con espacios divididos en distintas celdas. Los bordes de estas celdas están formados con metal sólido y el interior de éstas son huecos vacíos.
- 2) Metales porosos
Son aquellos materiales que tienen poros esféricos aislados, tienen una alta rigidez combinada con un muy bajo peso específico debido a su elevada porosidad cerca del 80-85%.
- 3) Espumas metálicas (sólidas)
Son una clase especial de metales porosos. Una espuma sólida se origina de una espuma líquida en la cual burbujas de gas se encuentran finamente dispersas dentro del líquido. Poseen poros cerrados y éstos suelen tener forma de poliedros, pero pueden variar; por ejemplo, en el caso de aquellos que tienen su origen en espumas líquidas, la solidificación direccional origina diferentes morfologías.
- 4) Esponjas metálicas
Se refieren a una morfología especial de metal celular con poros generalmente interconectados. Son piezas de metal que forman una red continua y que coexisten con una red de vacíos o poros, los cuales también están interconectados.

Las propiedades de estos materiales no completamente densos son difíciles de tabular debido a su enorme variedad. Morfología, tamaño medio y distribución de los tamaños de los huecos, porcentaje de porosidad son, entre otros, los aspectos que más afectarán a las propiedades de interés, entre las que habrá que considerar propiedades mecánicas, térmicas, capilaridad, permeabilidad a fluidos, etc.

Si las piezas poseen geometría sencilla, la porosidad puede medirse a partir del peso y dimensiones, para calcular la densidad y comparar el resultado con su valor teórico. Cuando se trata de estructuras complejas o heterogéneas son necesarias otras técnicas como la microscopía. Pero para la aplicación de esta técnica es necesaria una preparación superficial de la pieza previa a la medición. Una de las maneras más sencillas es el *point counting*, que consiste en mallar virtualmente una sección bidimensional de la pieza y contar el porcentaje de nodos del mallado que coinciden con poros.

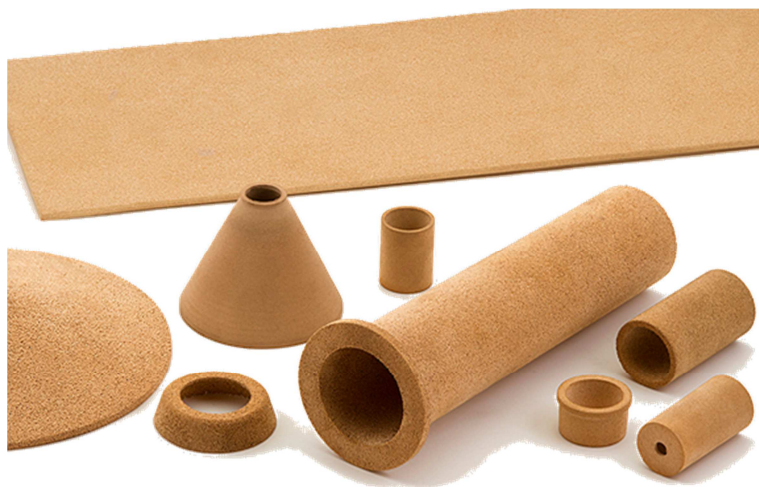


Figura 3-1. Piezas metálicas porosas

Además del porcentaje de poros, la forma de dichos poros y la conexión entre ellos es de gran importancia, siendo necesario por tanto determinar el tipo de poro del que se trata. Atendiendo a la morfología de sus poros, se define como:

Poro cerrado.- aquellos que se encuentran en el interior del material y, por lo tanto, no son accesibles para un fluido.

Poro abierto.- este tipo de poro se denomina así debido a que el material posee una apertura en la superficie que hace que el poro sea accesible para un fluido. Dentro de este tipo de poros se encuentran los poros interconectados, aquellos que poseen dos o más aperturas a la superficie del material y a diferentes lados del mismo.

Por tanto, se pueden distinguir dos clases fundamentales de porosidad; por un lado está la porosidad aislada, donde los poros se encuentran cerrados y aislados en forma de burbuja, y por otro la porosidad interconectada, donde los poros están abiertos conectándose unos con otros. [DEW 2012]

Atendiendo al compuesto del que está formado el material poroso, se distingue entre materiales porosos metálicos, cerámicos, vidrios o poliméricos.

Por último, pueden clasificarse de acuerdo al proceso de fabricación. Existen una gran variedad de técnicas de fabricación, muchas de ellas son comunes para la fabricación de materiales porosos metálicos, poliméricos, cerámicos o vítreos. Sin embargo, otras técnicas son exclusivas del tipo de material poroso a fabricar. Sólo se

hará referencia, en esta revisión bibliográfica, a los materiales de carácter metálico. Se ha de evaluar cada proceso de fabricación por separado ya que los parámetros que influyen en cada uno de ellos dependen del producto final.

3.1.1. Introducción a las tecnologías de fabricación de especímenes metálicos porosos

Los anteriores pueden clasificarse en varias formas diferentes [Gibson 1997, Ashby 2000, Banhart 2001]. La clasificación que se presenta se hace de acuerdo con el estado físico del metal en el momento de formar las paredes celulares del material poroso, a saber, estado vapor, estado líquido o estado sólido. En los apartados que siguen se describen los procedimientos más usados.

3.1.1.1. Obtenidos a partir de fase vapor o líquido

A partir de fase vapor:

- En los métodos de deposición física o química en estado vapor (PVD o CVD), el metal de base se deposita sobre una plantilla de apoyo a través de la condensación de los vapores de metal o de productos obtenidos por reacciones químicas a partir de precursores gaseosos. Del mismo modo, la galvanoplastia también se puede utilizar para depositar metales en estructuras de espuma de sacrificio. Estos métodos de deposición tienen baja productividad y a menudo requieren de equipos especiales. Son más adecuados para la producción de estructuras porosas con elevada área superficial específica y paredes celulares delgadas, especialmente de metales caros.

A partir de fase líquida:

- Técnicas espumantes: A principios de los 50 se logró desarrollar con éxito una espuma de aluminio [ELL 1956]. De acuerdo con el proceso, los metales espumados se producen mediante la adición de un agente volátil a un metal fundido y, posteriormente, se calienta la mezcla para descomponer el agente volátil con el fin de producir gas. El gas se expande haciendo que el metal fundido forme una espuma. Después de la formación de la espuma, el cuerpo resultante se enfría para formar una espuma sólida. Por lo general, el agente volátil es un hidruro metálico tal como TiH_2 o ZrH_2 y el metal espumado es de aluminio, aunque pueden ser utilizados otros agentes volátiles y otros metales. Este proceso fue difícil de

controlar, ya que el metal espumado producido tenía una estructura celular no uniforme. Las burbujas de gas grandes se concentraban en el centro y había un aumento de la densidad cerca de la superficie. Esto puede evitarse utilizando una alta velocidad de agitación.

- Vertido de metal fundido alrededor de gránulos: Este método produce una estructura celular interconectada o esponja de metal por colada del metal alrededor de los gránulos introducidos en el molde de fundición. Estos gránulos pueden ser solubles, aunque resistentes al calor, tales como cloruro de sodio (sal de mesa ordinaria) que más tarde se lixivia hacia fuera para dejar un metal poroso [KUC 1966].
- Inversión del molde: En este proceso, los huecos de un plástico esponjoso se llenan con material refractario líquido que se endurece a continuación. Entonces, el material plástico-refractario integral se calienta con el fin de vaporizar el componente de plástico y obtener un molde que tiene poros esponjosos. El metal fundido se vierte en este molde para dejarse enfriar y solidificar. El refractario se elimina a continuación, obteniéndose una espuma metálica con la misma forma de la esponja de plástico original. Los metales que han sido utilizados en este proceso son aquellos que tienen puntos de fusión relativamente bajos, tales como cobre, aluminio, plomo, zinc, estaño y sus aleaciones.
- Solidificación sólido-gas (gásar): Algunos metales líquidos forman un sistema eutéctico con gas hidrógeno. Mediante la fusión de uno de estos metales en una atmósfera de hidrógeno a alta presión (hasta 50atm), se obtiene una masa fundida homogénea cargada con hidrógeno. Si se disminuye la temperatura, la masa fundida experimenta con el tiempo una transición desde un eutéctico a un sistema de dos fases heterogéneas "sólido + gas". Si la composición del sistema está suficientemente cerca de la concentración eutéctica, habrá una reacción de segregación a una temperatura dada. Debido a que la composición eutéctica depende de la presión del sistema, la presión externa y el contenido de hidrógeno han de estar coordinados. La eliminación de calor de la masa fundida provoca la solidificación direccional. Un frente de solidificación avanza a través del líquido, normalmente a velocidades que van desde 0,05 a 5mm/s, aumenta el contenido de hidrógeno cerca del plano de solidificación y se forman burbujas de gas. Los parámetros del proceso tienen que ser elegidos de tal manera que las burbujas no floten y atraviesen en el líquido restante y desaparezcan. Han de permanecer cerca de la zona de solidificación y quedar atrapadas en el sólido. Las morfologías de

poro alargadas resultantes se determinan por el contenido en hidrógeno, la presión sobre la masa fundida, dirección y velocidad de eliminación de calor, y la composición química de la masa fundida. Generalmente, se forman poros alargados, orientados en gran medida en la dirección de la solidificación [BAN 2001].

- Metalización de un sustrato. Se puede producir un recubrimiento o una pieza completa por metalización de un sustrato con polvos metálicos proyectados en estado fundido o semi-fundido. El control de la porosidad resultante se consigue mediante las condiciones de proyección o por la co-proyección de un segundo material, que puede ser posteriormente eliminado [ZHAO, 2013].

3.1.1.2. Formados a partir de fibras

Estructuras porosas laminares pueden obtenerse, como se ha indicado anteriormente, por laminación de polvos y sinterización o a partir de fibras metálicas. Sobre un sustrato del tipo de una malla metálica o una chapa expandida, se forma un depósito de fibras (se usa generalmente acero inoxidable 316L o aleación FeCrAl) de entre 2 y 70 micras de diámetro. El conjunto se sinteriza ligeramente en vacío para formar un conjunto manejable, con porosidades de hasta el 85%.

Los cartuchos de filtro equipados con esta tecnología de última generación ofrecen un caudal de hasta 4 veces mayor en comparación con cartuchos de filtro de metal sinterizado convencionales. La capa activa de la membrana de filtro tiene un tamaño de poro de hasta 0,1 micras absolutas.

3.1.1.3. Obtenidos por métodos pulvimetalúrgicos

Estas técnicas parten de material en estado sólido, más concretamente, en forma de polvo. En sucesivos apartados se explicará en mayor detalle todo lo relacionado con la pulvimetalurgia.

Tan sólo comentar que, las piezas producidas por estos métodos contienen, casi invariablemente, poros. Normalmente, el objetivo es minimizar la porosidad para lograr un material denso y así obtener mejores propiedades mecánicas. En algunos casos, sin embargo, los poros son deseables, ya que dan a la pieza funcionalidades que los materiales sólidos densos no poseen. En estos casos, el objetivo es producir materiales porosos con un control de la forma del poro, de su tamaño y del

volumen de la porosidad para conseguir las propiedades funcionales deseadas.

En esencia, los materiales porosos son una clase especial de los materiales compuestos, constituidos por una o más fases sólidas y una fase gaseosa. La funcionalidad del material poroso se deriva de las combinaciones de características distintivas de las fases sólida y gaseosa. Las fases sólidas proporcionan una cierta arquitectura geométrica, la resistencia, la conductividad eléctrica y térmica, blindaje magnético y una barrera acústica, sólo por nombrar unos pocos. La fase gaseosa (por lo general aire) ofrece compresibilidad o permite que los fluidos fluyan a su través.

3.2. Pulvimetalurgia

La metalurgia de polvos (PM) es un proceso de conformación metálica, una técnica de procesamiento que involucra la producción de polvos metálicos y su conversión en estructuras de ingeniería útiles. La producción de componentes mediante PM es una gran industria que produce muy diversas morfologías y emplea gran variedad de materiales. Gracias al uso de la PM, es posible la reducción de coste en la producción de grandes series de pequeñas piezas, debido a la posibilidad de eliminar los procesos de acabado, en comparación con otros métodos de fabricación como forja o fundición. En algunos casos, la conversión de un componente a tecnología PM implica ahorros de hasta un 40%. Asimismo, cabe destacar que el desarrollo de nuevos materiales y tecnologías de fabricación ha permitido nuevas aplicaciones para componentes sinterizados, aún en aleaciones que presentan problemas de segregación en procesos metalúrgicos tradicionales que involucran fundición.

Esta técnica destaca por el control dimensional que ofrece. La PM abarca las etapas comprendidas desde la obtención de los polvos metálicos hasta las piezas acabadas, es decir, producción de polvo, mezcla, aglomeración o compresión, sinterización y acabado [EPMA].

La primera aplicación en la industria moderna fue para la formación de alambres con materiales muy duros de conformar. Este proceso permite trabajar además con metales con muy alto punto de fusión, tales como el tungsteno (3422°C) o el molibdeno (2623°C).

A continuación se enumeran una serie de ventajas que aporta la metalurgia de

polvos:

- Existen piezas que sólo se pueden producir por medio de este proceso.
- Puede crearse un nivel de porosidad controlado, entre el 25 y el 85% de la densidad teórica promedio (DTP). Las piezas estructurales PM tienen una DTP entre el 85 y el 99,9%.
- Se fabrica con tolerancias reducidas y con un acabado superficial de alta calidad.
- Si se logra calidad y pureza en los polvos producidos, se obtendrán piezas también de alta pureza; o lo que es lo mismo, exactitud de la composición química del producto final.
- Exclusión de impurezas
- No hay pérdidas de material.
- No se requieren operarios con alta capacitación.
- Fabricación económica
- Temperatura de obtención relativamente baja
- En la sinterización siempre resulta más factible el empleo de atmósferas protectoras.
- Sinterización continua
- Economía de moldes

Por otro lado, también existen una serie de importantes limitaciones:

- Los polvos son caros y difíciles de almacenar.
- El coste del equipo para la producción del polvo es alto.
- Algunos productos pueden fabricarse por otros procedimientos más económicos.
- Resulta muy difícil conformar piezas con morfología complicada; las piezas asimétricas se deforman fácilmente durante la sinterización.
- Existen dificultades térmicas en el proceso de sinterizado, más acusadas precisamente en materiales con bajo punto de fusión.
- Algunos finos presentan riesgo de explosión (i.e. aluminio).
- Es difícil fabricar piezas uniformes de muy alta densidad.
- Las elevadas presiones del prensado
- La irregular transmisión de la presión en el polvo metálico durante el prensado.
- El elevado volumen el polvo, comparado con los cuerpos prensados obtenidos.

- El dominio y el control de la distribución del tamaño de grano en el polvo

Por tanto, en el proceso pulvimetalúrgico va a tener que realizar una balanza que equilibre entre la fuerza y rigidez del material necesaria por un lado, con la porosidad suficientemente alta (~50%) y buena permeabilidad, también necesaria [LEO 1997].

Con este procedimiento pueden obtenerse piezas con tamaños tan grandes como permitan los hornos de sinterización; por ejemplo, de hasta 1,8 m de diámetro o placas de 0,6 x 1,5 m.

3.2.1. Aplicaciones de la PM

A pesar de todas las desventajas vistas relacionadas con este proceso, es bien cierto que el uso y aplicación de técnicas de sinterización se remonta a varios miles de años.

Se estima que los egipcios ya empleaban materiales sinterizados (tanto metálicos como cerámicos) desde el 3000a.C. En la India se realizaban monumentos a partir de polvo de hierro desde el 300d.C. Además, como aplicación fundamental se han acuñado monedas de manera regular mediante la sinterización de polvos de cobre, plata y plomo.

En 1829, Woolaston publicó la que es considerada la primera investigación científica en el campo de la pulvimetalurgia, un artículo que trataba sobre cómo producir platino compactado a partir de polvo con esponja de platino. Dicho artículo estableció los fundamentos de las técnicas modernas de manufactura.

La edad moderna de la sinterización comienza con Coolidge, quién popularizó el uso de polvo de wolframio para la fabricación de filamentos duraderos para las lámparas [ANG 2008]. Posteriormente, debido a los avances tecnológicos de la segunda guerra mundial, empezó a desarrollarse fuertemente la industria de la pulvimetalurgia. Durante la década de 1930, se elaboraron con esta técnica bujías, carburos cementados, cojinetes de bronce poroso, aislantes eléctricos y contactores eléctricos de grafito-cobre. En la década de 1940, la sinterización se utilizó para la fabricación de aleaciones de wolframio, férreas y refractarias, la preparación de combustible nuclear de dióxido de uranio y la producción de contactores eléctricos.

En la última parte del siglo XX, se ha extendido la aplicación de la sinterización,

especialmente para la creación de cerámicas técnicas. Se han dedicado grandes esfuerzos a la búsqueda de materiales con alta resistencia mecánica a elevada temperatura, de materiales con alta resistencia a la fractura, con alta resistencia al desgaste o con nuevas propiedades electrónicas.

Desde entonces ha tenido una evolución mucho más rápida que cualquier otro proceso de fabricación de piezas metálicas, gracias a los avances, calidad y utilidad de sus productos. Hoy día, la sinterización se emplea en un amplio y diverso rango de productos entre los que se incluyen:

- ✓ Juntas abrasivas para turbinas de gas, toberas de cohetes, turbocargadores
- ✓ Para aplicaciones estructurales como paneles sándwich, o como estructuras flotantes o de peso ligero en ingeniería aeroespacial, alas de aeronaves pesadas, para absorber choques
- ✓ Dispositivos para el control y restricción de flujo: reductores de caudal, despresurización calibrada, aberturas de aireación, para la separación de mezclas o bien en la fabricación de membranas, retardos neumáticos, ecualización de presión [GON 2010], transductores, como fronteras de control
- ✓ Retención de medios sólidos y como filtros: barreras permeables para desecadores, purificadores y secuestrantes.
- ✓ Depósitos de almacenamiento de líquidos: almacenamiento de nitrógeno [FRE 1968], adsorción de hidrógeno [CHU 2005], rodamientos y cojinetes autolubricados, mechas, dispositivos de refrigeración [BOO 2003], elementos de intercambio de calor.
- ✓ Distribución y aspersión de gas: superficies de lecho fluidizado, cojinetes de aire, placas de vacío, aspersores para carbonatación, inyección de ozono o extracción de oxígeno.
- ✓ Amortiguadores y atenuadores de sonido: silenciadores neumáticos, atenuadores de micrófono [ARE 2010].
- ✓ Apagadores de llama y chispa para gases inflamables: cortallamas en la boquilla de soldadura y corte oxiacetilénica, cajas eléctricas [TEO 1995].
- ✓ Electrodo para baterías de Ni-Cd. Se usan esponjas de plomo con el fin de aumentar la densidad de energía en baterías de plomo [TAB 2006].

- ✓ Substratos semiconductores
- ✓ Se utilizan especialmente en la industria química como catalizadores, en los que el compuesto catalítico es al mismo tiempo soporte de la estructura, o bien, como soporte catalítico, los que necesitan de un soporte de otro material y el catalizador es depositado en la superficie del soporte [YOU 2010].
- ✓ Hasta en el campo de la biomedicina se han hecho hueco, debido a su innovador uso como implantes.
- ✓ Palos de golf, etc.
- ✓ LHP's, la aplicación buscada.

La mayoría de aplicaciones modernas están orientadas hacia la consecución de los siguientes factores: economía de fabricación, mejora de propiedades y nuevas composiciones.



Figura 3-2. Piezas producidas por PM

Entre las muchas aplicaciones de la metalurgia de polvos, una de las básicas es la fabricación de componentes sólidos a partir de polvo metálico compactado y sinterizado, lo cual se considera el núcleo de esta tecnología. En la industria automovilística tienen una enorme cabida, tales como engranajes, rodamientos,

cojinetes para automóviles y accesorios (figura 3-2). Esta técnica resulta económica y permite fabricar piezas a partir de materiales que no pueden ser fundidos, deformados o maquinados, produciendo piezas que requieren poco o ningún acabado final [FRO 2004, GER 2005].

Se prevé que en el futuro aumente el uso de la PM para la reducción de peso en vehículos mediante el uso de piezas de aluminio, titanio, magnesio, materiales compuestos o intermetálicos.

La PM también se usa para la fabricación de herramientas de corte. Por lo general, estas herramientas se fabrican en aceros de alta velocidad (HSS). Ocurre que el uso de estos aceros se ha expandido a un mayor rango de aplicaciones, tales como sellos de válvulas automotrices y ejes para motores de turbinas de gas. Muchos de los usos más recientes de los HSS se deben precisamente a su posibilidad de conformarlos en piezas de alta densidad mediante PM. La consolidación de polvos HSS en partes acabadas provee una mejora en la dureza, tenacidad y maleabilidad.

La aplicación en la que se centra este trabajo es en su aplicación en dispositivos disipadores de calor en aplicaciones espaciales, principalmente los LHP's.

3.2.2. Etapas previas del procesamiento de piezas pulvimetalúrgicas

La figura 3-3 muestra un esquema general de las etapas del proceso básico de PM.

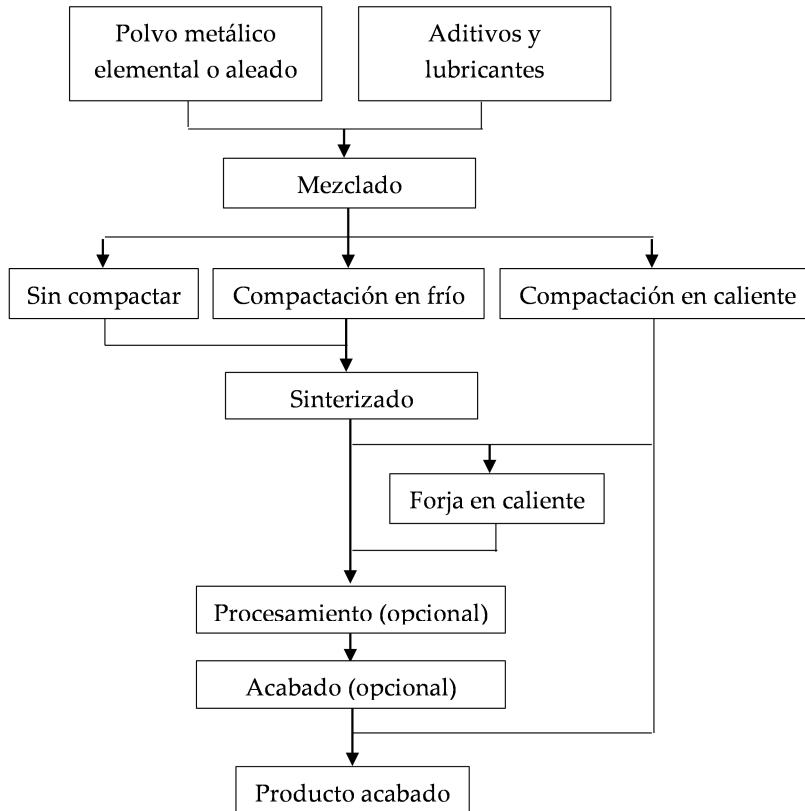


Figura 3-3. Pasos generales del proceso PM [UPA 2002]

3.2.2.1. Obtención del polvo metálico

Todos los metales pueden producirse en forma de polvo, sin embargo no todos cumplen con las características necesarias para poder conformar una pieza. Para la transformación en polvo de los metales deben aplicarse métodos químicos, físicos y mecánicos; diferentes formas de producir polvos metalúrgicos dependiendo de las características físicas y químicas de los metales utilizados:

- El maquinado produce partículas gruesas y se usa principalmente para producir polvo de magnesio.
- En el proceso de molido se tritura el material con molinos rotatorios de rodillos y por estampado rompiendo los metales, por este método los

materiales frágiles pueden reducirse a partículas irregulares de cualquier tamaño.

- El perdigonado consiste en vaciar metal fundido en un tamiz y enfriarlo dejándolo caer en agua. En este proceso se obtienen partículas esféricas o con forma de pera. La mayoría de los metales pueden perdigonarse, pero el tamaño de las partículas es demasiado grande.
- La pulverización consiste en la aspersión del metal y su enfriamiento en aire o en agua. Se emplea en metales de bajo punto de fusión.
- También se puede hacer polvo simplemente con una agitación rápida del metal mientras se está enfriando; este proceso se conoce como granulación.
- Por último, el depósito electrolítico, que consiste en la inmersión del metal a pulverizar, como ánodos, en tinas con un electrolito. Los tanques actúan como cátodos y el metal a pulverizar se mueve, desde los ánodos hacia los cátodos, depositándose como un polvo fino que puede posteriormente utilizarse con facilidad.



Figura 3-4. Polvos metálicos

Los polvos usados pueden ser elementos puros, mezclas de elementos o polvos pre-aleados, de tal manera que la elección del material de partida está condicionada por el tipo de producto y, en menor medida, por el proceso de fabricación empleado. El éxito de cualquier proceso de PM depende de una completa caracterización y control del polvo metálico. El método por el cual se fabrique influirá en la química y estructura de las partículas, además de la distribución de tamaño.

Todas estas propiedades afectarán al comportamiento del polvo durante la

compactación y el sinterizado, así como en la estructura, composición y propiedades de los materiales sinterizados [UPA 2002].

Antes de pasar a la compactación, el polvo debe ser concienzudamente mezclado con el fin de evitar la segregación y maximizar la homogeneidad. La densidad aparente y la densidad mediante compactación por sacudidas del polvo, son medidas y controladas mediante especificaciones bien ajustadas, debido a que estas controlan características de los pasos de procesamiento posteriores tales como el flujo de polvo o el llenado del molde. Aditivos tales como espaciadores, lubricantes o aglutinantes deben mezclarse con los polvos en esta etapa, en caso de ser necesarios [MPIF 1980].

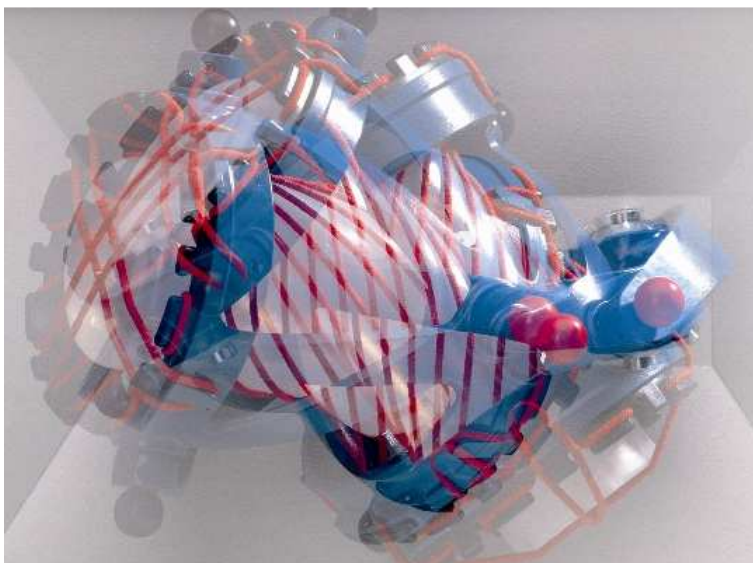


Figura 3-5. Mezcla de los polvos en una túbula

La limpieza del polvo es un requerimiento que debe ser controlado cuidadosamente en todo momento, para evitar la contaminación con elementos extraños durante la preparación de los polvos y posteriores pasos del procesamiento. La contaminación con elementos tales como hierro, carbono, sulfuro y otros pueden causar una reducción significativa en las propiedades mecánicas y en la resistencia a la corrosión de los materiales porosos cuando son usados en un ambiente agresivo. Otras trazas de impurezas tales como oxígeno, alúmina, sílice y nitrógeno pueden también influir en las propiedades mecánicas

finales.

3.2.2.2. Compactación de los polvos metálicos

La mezcla de los polvos, con sus aditivos y lubricantes es compactada como pieza dentro de un molde que tiene la forma deseada, mediante la aplicación de presión y el uso de matrices.

El aplicar presión en el metal en polvo sirve para comprimir las partículas recolocándolas, así se facilita el inicio de enlaces interatómicos y se incrementa la densidad final de la pieza. Teóricamente, si un polvo se comprime lo suficiente, podría alcanzar el 100% de la densidad teórica. La forma de la partícula, tamaño, distribución de esos tamaños, selección y mezcla son los parámetros que afectarán al valor de la compresión. Variando la presión ejercida se puede controlar la porosidad resultante tras el proceso de sinterización. El metal en polvo se comprime, o simplemente se deposita (*Loose Sintering*), en un molde para que tome la forma deseada.

Las formas más habituales de realizar la compresión es bien por vía unidireccional o bien por vía isostática.

El proceso de moldeo mediante compactación en frío es el siguiente [GON 2009]:

- 1) Se introduce el polvo en la apertura de la matriz metálica y se presiona con el punzón. La presión es proporcionada por una máquina hidráulica.
- 2) En ocasiones hay que recubrir el recipiente de recepción con una especie de esponja, ya que el compacto en verde es vulnerable y puede destruirse o dañarse en el proceso de desmolde.
- 3) Debe controlarse la rugosidad de la pared interior de la matriz. Podría ocurrir que las fuerzas de fricción entre el punzón y el compacto en verde pudieran formar incrustaciones de polvo que pudiesen dañar la superficie de las mechas.

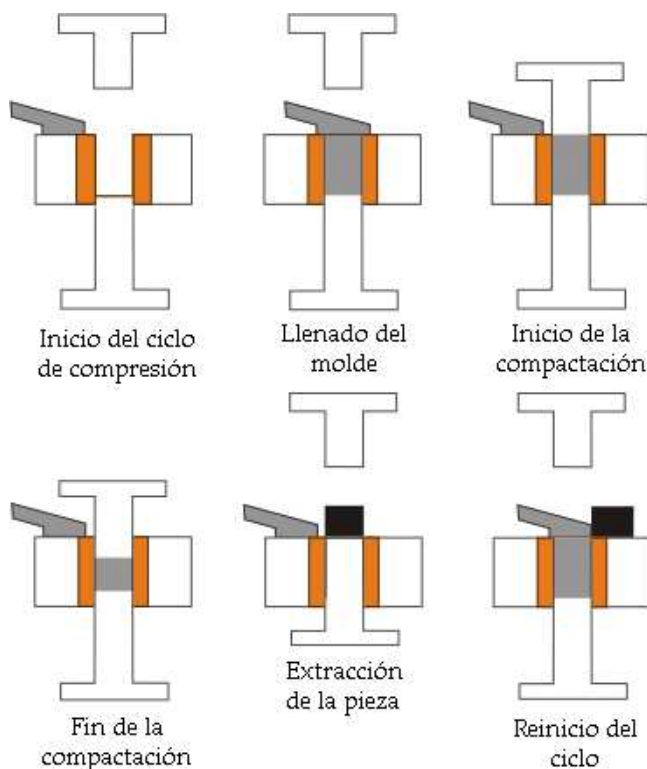


Figura 3-6. Esquema del proceso de compactación uniaxial

La formación del compacto se hace en ocasiones con látex, pero se procura evitar por su complicado proceso de eliminación. El compacto en verde se traspa a un molde de grafito inerte al polvo metálico a altas temperaturas, pero se asegura un medio con alta conductividad térmica.

Existe otra forma de comprimir el polvo, utilizada en particular en polvos pesados, denominada compactación centrífuga [KOE 1989]. El polvo se hace girar en un molde al que se adapta con uniformidad con presiones de hasta 3MPa. En tercer lugar está la conformación por vaciado, en la cual se hace una lechada con el polvo del metal y se vacía en un molde de yeso. Como el molde de yeso es poroso, éste drena gradualmente dejando una capa sólida del material metálico. Transcurrido el tiempo suficiente para tener una capa lo suficiente gruesa, se sinterizan las piezas de manera normal. Para objetos huecos resulta especialmente útil este procedimiento [APRE].

La compactación isostática es un método común de compactación para la fabricación de productos semiterminados, tales como tubos que tienen una relación longitud-diámetro mayor de 3 a 1. Es posible producir componentes porosos mediante la técnica isostática, logrando una densidad más uniforme que con la técnica de compactación en moldes [ALB 1982, SAV 2004]. Un proceso conocido como prensado isostático en frío en bolsa húmeda (CIP), usa presiones entre 3,5 y 550MPa aplicadas a estampación. Formas como conos, embudos y tubos con ranuras pueden fabricarse mediante CIP [LEN 1980].

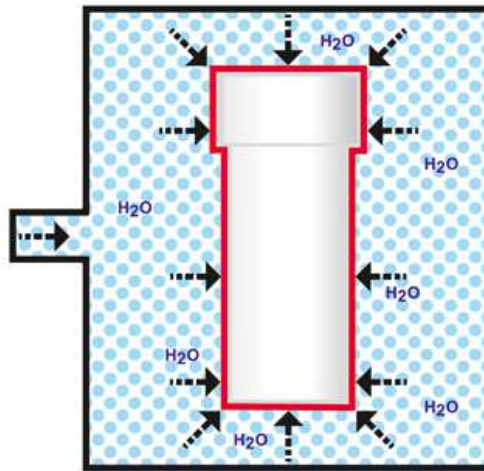


Figura 3-7. Esquema de una compresión isostática

Después de la compactación, la mezcla toma las propiedades de un sólido, cuyo estado se denomina usualmente “en verde”. Dicho sólido es manejable, pero dicha manipulación deberá hacerse con precaución. Las partículas no están realmente unidas, sino simplemente encajadas tras el proceso de compresión. Dicha manejabilidad servirá para poder transportar de una forma sencilla dichas piezas a través de la planta hasta los hornos donde se produzca la sinterización.

La mínima resistencia en verde puede lograrse usando fuerzas de compactación bajas en el rango de 70-210MPa, en comparación con los componentes estructurales de mayor densidad que requieren cargas entre 420-840MPa [GER 1989]. En general, los componentes porosos con densidad en verde cerca del 20-50%, tienen una resistencia en verde mínima y requieren de un manejo cuidadoso. Por lo tanto, suelen añadirse al polvo ceras y estearatos para reducir la fricción con las paredes

del molde y el desgaste de las herramientas. Ocurre lo mismo en la fabricación de componentes con formas complejas y baja densidad, se añaden aglutinantes que provean una resistencia adecuada.

El proceso de prensado isostático en caliente, HIP, combina el CIP y la sinterización en un solo paso. Se emplea en aplicaciones donde se necesitan fabricar formas complejas o cuando un material tiene baja resistencia en verde para su manipulación.

La compactación por laminado se emplea habitualmente en la producción de materiales para baterías de níquel [TRA 1969, WIL 1968]. El níquel y otros polvos son laminados a espesores que van de 0,13 a 3,8mm y en ancho hasta 1m, dependiendo de la resistencia en verde y los requerimientos de la aplicación.

En resumen, los objetivos básicos de la etapa de compactación son:

- Consolidar el polvo en una forma deseada.
- Imponer, en el mayor grado posible, las dimensiones finales requeridas, considerando cualquier cambio dimensional resultante del sinterizado.
- Marcar el nivel y tipo de porosidad.
- Dar una resistencia adecuada para el manejo en etapas posteriores.

Existen diferentes enfoques para lograr dichos objetivos. En general, las técnicas de compactación pueden ser categorizadas como:

- a) Procesos continuos vs. discontinuos
- b) Presiones altas vs. bajas
- c) Velocidades de compactación altas vs. bajas
- d) Temperatura ambiente vs. temperaturas elevadas
- e) Presión uniaxial vs. isostática

En general, existe una gran variedad de procesos que permiten fabricar un compacto a partir de polvo para su posterior transformación en componente macizo a través de la sinterización. Sin embargo, por cuestiones económicas, sólo unos pocos tienen verdadera aplicación a nivel industrial. Entre los más utilizados, cabe destacar el prensado en matriz (simple o doble), el prensado isostático, la compactación de alta velocidad, el prensado en caliente, la extrusión y el moldeo por inyección.

Hay que destacar que la porosidad está determinada por la distribución del tamaño de las partículas, la forma de las mismas, la superficie de los polvos y otras características, que siempre dependen de la técnica de producción. Debido a que las

características del polvo son uno de los factores más importantes en las propiedades del producto final, es necesario que los métodos de manufactura y las características del polvo puedan reproducirse.

Los materiales porosos metálicos más comunes son el bronce, el níquel y sus aleaciones, pero otros metales no ferrosos como aluminio, cobre, oro, niobio, plata, tántalo, titanio y circonio son utilizados para fabricar materiales porosos a partir de polvos [MOT 1996].

3.2.3. Operaciones secundarias

Todos los componentes PM se someten a operaciones de acabado con el fin de controlar algún parámetro de calidad, adicionar nuevas características o corregir alguna particularidad. Hay una gran variedad de operaciones que van desde una simple inspección o marcaje hasta el taladrado de orificios o el granallado de la superficie.

Las tolerancias en diámetro ($\approx 2\%$) y en altura ($\approx 3\%$) de las piezas sinterizadas son mayores que en otros métodos de producción, aunque pueden disminuirse por una operación de calibrado posterior.

Dado que la mayoría de las piezas PM son porosas después del sinterizado, uno de los procesos secundarios más comunes es el reprensado. Los objetivos básicos de este proceso son la eliminación de la porosidad residual y, por consiguiente, la mejora en las propiedades mecánicas finales así como el ajuste de las dimensiones finales de la pieza. Dado que las fuerzas empleadas en el reprensado deben exceder la resistencia del material, algunas veces se opta por realizar esta operación acompañada de un calentamiento, aprovechando la disminución del límite elástico con la temperatura. Dependiendo del grado de deformación deseado, este tratamiento se conoce como reprensado, calibrado o acuñado (en orden descendente de deformación).

Durante esta operación secundaria, los poros superficiales son sellados pero los internos permanecen inalterados; por tanto, se mejoran las propiedades de las zonas cercanas a la superficie. En este contexto, no resulta extraño encontrar un incremento en la resistencia acompañado de una disminución en la ductilidad y la tenacidad.

Algunas operaciones secundarias son: maquinado, impregnación, tratamiento o adecuación de superficies, tratamientos térmicos y soldadura entre otras.

3.3. Fabricación de materiales porosos por PM

La porosidad es una característica microestructural de las piezas sinterizadas obtenidas por pulvimetalurgia. La distribución del tamaño de partículas puede ser resultado directo de los procesos de producción de polvos, aunque puede ser alterado por las técnicas de clasificación. La magnitud de la porosidad varía en dependencia del tipo de pieza que se fabrica, puede alcanzar valores elevados del orden del 50% al 90% en el caso de algunos filtros metálicos, tratándose de porosidad interconectada entre sí. Mientras que la porosidad deberá ser mínima, casi nula, en el caso de piezas que en servicio están sometidas a elevados esfuerzos mecánicos y exigencias adicionales, con lo que lo ideal en este caso, es que la porosidad esté preferiblemente definida por poros aislados o cerrados, que aparecen al final del tratamiento térmico de sinterizado como consecuencia de fenómenos microestructurales que en él se desarrollan.

Los productos porosos fabricados a partir de polvos con una distribución de tamaño de partícula bastante estrecha, dan una mejor reproducibilidad y uniformidad en la porosidad final.

Las propiedades y el comportamiento de las piezas sinterizadas dependen de la porosidad existente en ellas. En general, la porosidad produce degradación de las propiedades mecánicas, como la resistencia a la tracción, dureza, ductilidad y resistencia dinámica de impacto y fatiga. Esta degradación de las propiedades mecánicas es provocada por que se reduce el área efectiva de la sección transversal de las piezas, produciéndose un incremento del valor medio del esfuerzo transferido a través de los puentes del material entre los poros. Por tanto, para óptimas propiedades mecánicas es preferible la presencia de poros aislados que interconectados porque es menor la reducción del área efectiva. En el caso de piezas en las que se desea porosidad interconectada, además de la resistencia mecánica, es requisito importante la existencia de un nivel adecuado de permeabilidad, para que un determinado fluido o sustancia pueda desplazarse adecuadamente en su interior [TOL 2004].

Una vez seleccionado el material, la preparación del polvo comienza con la

separación de la distribución de tamaños deseada. Métodos de tamizado por vibración o ultrasonidos se emplean para partículas con tamaño mayor de $20\mu\text{m}$, mientras que otros métodos como clasificación por aire o separación centrífuga son los más comunes para tamaños de partícula por debajo de este tamaño.

Además de las metodologías de conformado ya citadas, otras empleadas para producir componentes metálicos porosos incluyen el moldeo por inyección [NEU 1992], extrusión, métodos directos [AND 2004] y el rociado de polvos húmedos [BRA 2004].

En lo que se refiere al sinterizado de metales porosos, se obtiene a partir de lograr un balance crucial entre maximizar las propiedades del material y maximizar la porosidad abierta y su permeabilidad. Sin embargo, la permeabilidad y otras propiedades del material tales como resistencia y ductilidad están relacionadas inversamente, y el intervalo en el cual se obtiene un compromiso óptimo de las partes es bastante pequeño. La temperatura de sinterización se selecciona dependiendo del tipo de material, la distribución del tamaño de partículas y la forma de las partículas de polvo. Normalmente, el sinterizado se hace a una temperatura que oscila entre el 60-90% de la temperatura de fusión del material. Partículas más finas requieren de menor temperatura de sinterización debido a que la fuerza que controla la energía superficial para iniciar el crecimiento del enlace es mucho más alta que para una partícula de grano grueso. Sinterizar a temperaturas demasiado altas también conlleva la formación de poros grandes. En general, las propiedades mecánicas incrementan significativamente cuando el tamaño de los poros y el porcentaje de porosidad disminuyen [NEI 2009].

Hay que tener muy en cuenta que las propiedades mecánicas de los materiales porosos son altamente dependientes de la porosidad y del método de procesamiento. En general, estas aumentan significativamente cuando el tamaño de los poros y el porcentaje de porosidad disminuyen.

3.3.1. Con prensado axial previo en frío

En este capítulo se hacen uso de presiones suficientemente bajas para obtener densidades finales lo más baja posibles.

Después de la compactación, la mezcla toma las propiedades de un sólido, con una resistencia “en verde” que permite su manipulación y transporte hasta la zona de

sinterizado.

La sinterización puede considerarse como el proceso mediante el cual las partículas se ensamblan, compactadas bajo presión o simplemente confinadas en un contenedor. Las partículas se unen químicamente entre sí en un cuerpo coherente bajo la influencia de una temperatura elevada y atmósfera controlada. La temperatura está usualmente por debajo del punto de fusión del mayor constituyente (enlazado por difusión) bajo una atmósfera controlada, logrando así la unión metalúrgica entre partículas, ver figura 3-8.

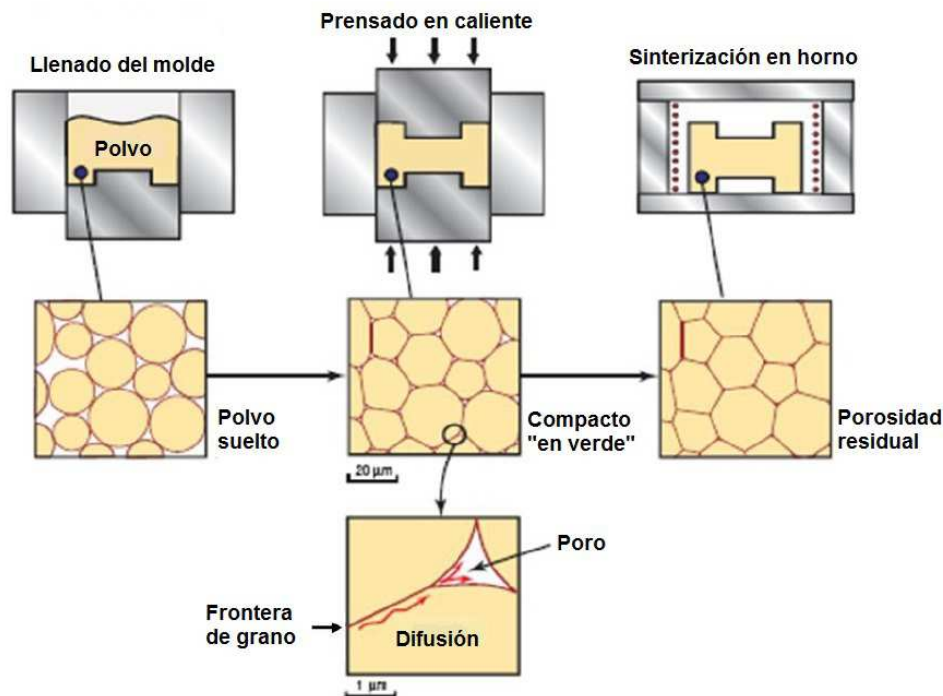


Figura 3-8. Mecanismo de compactación de polvos mediante prensado en caliente y sinterización [ASH 2007]

Al calentar el compacto preformado, las partículas se unen unas a otras formando lo que se denominan “cuellos” (ver figura 3-9). Por consiguiente, la sinterización produce cambios en la microestructura del material en términos de la distribución de los elementos aleantes y de la morfología de la porosidad residual (tamaño, forma y distribución de los poros). Aparte, durante la sinterización se dan otros

efectos no tan positivos, como son las variaciones dimensionales o reacciones químicas no deseadas.

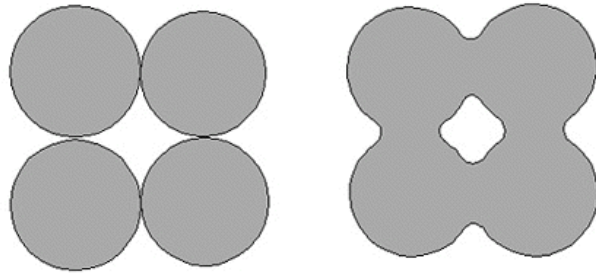


Figura 3-9. Esquema de formación de cuellos entre partículas de polvo durante la sinterización

El efecto de la sinterización será pues reforzar los enlaces entre las partículas formando un compacto de metal en polvo. Es el proceso por medio del cual, con el aumento de la temperatura, las partículas de los cuerpos sólidos se unen por fuerzas atómicas. Con el sinterizado, las áreas ligadas crecen y el material rellena huecos vacíos entre partículas. Se ha comprobado que la difusión y el movimiento de átomos en la superficie de las partículas, son la actividad principal en la etapa inicial del sinterizado. La tensión superficial es la fuerza motriz que impulsa a reducir el área de la superficie, redondeando y suavizando irregularidades [UTP].

La difusión se activa enormemente a una temperatura de aproximadamente entre el 60 y el 80% de la temperatura de fusión del polvo principal en la mezcla utilizada. Las etapas del proceso de sinterización pueden ser agrupadas en la siguiente secuencia:

- Enlace inicial entre partículas
- Se acelera el movimiento de átomos entre partículas (crecimiento de cuellos).
- Se mejora la reducción de superficie durante la sinterización (sinterización activada). Ocurre el cierre de canales entre poros.
- Se mejora la homogeneización.
- La porosidad se redondea.
- Se aumenta la densidad de sinterización, los poros se contraen.
- Los poros pueden llegar incluso a cerrarse.

- **Engrosamiento de poros.** Las partículas inicialmente contienen lubricante, aditivos y contaminantes; cuando la temperatura se incrementa, estos compuestos se evaporan dejando poros entre las partículas.

Hay dos tipos de sinterización a groso modo, en función de cómo tenga lugar a cabo. Si la temperatura del tratamiento es inferior a la de fusión de todos los constituyentes de la masa de polvos, el proceso se denomina sinterización en fase sólida. Si la temperatura es lo suficientemente elevada como para que alguno de los constituyentes funda, la sinterización se lleva a cabo en presencia de un líquido, denominándose sinterización en fase líquida. En ambos casos, la fuerza promotora de la sinterización es la disminución de la energía superficial de las partículas, por medio de la reducción del área superficial.

Los factores que afectan a la sinterización son diversos. Los principales son los que se enumeran a continuación [WAL 1978]:

- **Temperatura;** a mayor temperatura, mayor capacidad de sinterización, ya que se favorece la difusión atómica.

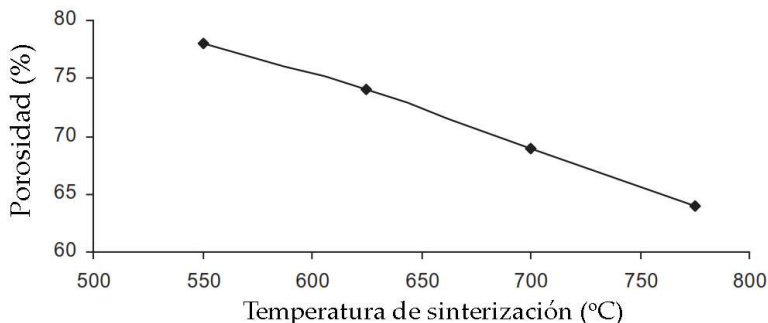


Figura 3-10. Efecto de la temperatura de sinterización en la porosidad [MIS 2010]

- El **tiempo de sinterizado** varía entre los 20 y 40 minutos; a mayor tiempo, mayor capacidad de sinterización entre las partículas, lográndose además una porosidad más cerrada. Aunque el grado de sinterización es directamente proporcional al incremento en el tiempo, el efecto es pequeño en comparación a su dependencia con la temperatura. Por lo cual, para lograr las propiedades deseadas en piezas sinterizadas, generalmente se disminuyen los tiempos de sinterización pero se usan temperaturas más altas.

- **Atmósfera de trabajo;** en vacío, bajo algún gas que aporte determinadas características al conformado o con gas inerte. El objetivo es proteger el compacto de la oxidación y reducir la formación de óxidos superficiales en las partículas que dificultarían la formación de cuellos. Entre otras funciones destacan el evitar la descarburación, aumentar la presión para activar la sinterización, purgar e impedir la entrada de aire, homogeneizar la temperatura en el horno, o incluso la formación de poros [OCW]. Ocurre que casi todos los metales reaccionan a temperatura ambiente con el gas de su alrededor, aún más cuando son tratados a altas temperaturas. Como ventajas añadidas aportan el facilitar la eliminación del lubricante y el hecho de mantener una cierta presión positiva a la salida del horno para evitar la entrada de aire.

La atmósfera durante el proceso de sinterización afecta muy directamente a la densificación del material, debido a que el gas va penetrando en la pieza hasta que los poros van cerrándose. Cuando la presión del gas atrapado iguala a la presión capilar, el poro deja de encoger y se alcanza la máxima densidad de sinterización [KAN 2004].

Existen diferentes atmósferas de sinterización, algunas de las más empleadas son las siguientes: hidrógeno, reformada de gases hidrocarburos (gases exotérmicos, gases endotérmicos), nitrógeno o atmósferas basadas en nitrógeno, amoniaco disociado, argón y helio, y como no, vacío.

Respecto a la variabilidad que introduce el material en el proceso de sinterizado, hay que considerar los siguientes factores:

- **Tamaño de partícula;** respecto a las etapas básicas del sinterizado, la disminución del tamaño de partícula conlleva un incremento de la sinterización. Un tamaño más pequeño promueve todos los tipos de transporte por difusión, es decir, un área superficial más grande permite mayor difusión superficial, un pequeño tamaño de grano promueve difusión en la frontera de los granos y mayor área de contacto entre partículas para la difusión volumétrica.
- **Forma de partícula;** factores que lleven a un mayor contacto íntimo entre las partículas e incrementen el área superficial, promueven la sinterización. Estos factores incluyen la disminución de la esfericidad y el incremento de la rugosidad de las partículas.
- **Estructura de la partícula**

- **Composición del material;** los aditivos en aleaciones o impurezas dentro de un metal pueden afectar la cinética de la sinterización. El efecto puede ser bien perjudicial o beneficioso, dependiendo de la distribución y reacción de la impureza. Por lo general, la presencia de contaminación superficial, tal como la oxidación, es indeseable. Asimismo, fases dispersas dentro de la matriz podrían promover la sinterización debido a su capacidad de impedir el movimiento de fronteras de grano.
- **Contenido en lubricante**
- **Velocidades de calentamiento y enfriamiento**
- **Densidad en verde;** una disminución de la densidad en verde significa un incremento en la cantidad del área interna superficial y en consecuencia, una mayor facilidad para la sinterización.

Los efectos causados por la aleación son un poco más complejos:

- Activación o inhibición en las etapas iniciales
- Homogeneización y formación de la solución sólida (durante la sinterización)
- Transformaciones de fase durante el enfriamiento
- Precipitación de carburos en el enfriamiento
- Cambios dimensionales

Este producto sinterizado tiene muchos beneficios, uno de ellos es que aumenta la resistencia de la pieza manteniendo su forma. Existen muchas variantes a este proceso básico, pues algunas piezas son utilizadas directamente en la condición de sinterizado mientras que otras son sometidas a operaciones secundarias de acabado (mecanizado, calibrado, impregnación de aceite, etc.) o tratamientos térmicos (nitruración, temple, etc.).

Cuando se realiza la sinterización con presión, el polvo se coloca en una matriz que es el negativo de la forma acabada, y se le aplica presión, como ya se explicó en apartados anteriores.

Aplicando presión, disminuye la porosidad y, al mismo tiempo, se aumenta la cohesión entre las partículas y el número de puntos de contacto. En el prensado, las partículas se aplanan más o menos, según lo blando que sea el material, en los puntos en que se forma el contacto, y tienden a unirse en esas regiones por soldadura fría. En una masa suelta formada por polvo, la soldadura puede ocurrir en los puntos de contacto a medida que se eleva la temperatura. También, en casi

todos los casos, la mayoría de las cavidades o poros se unen entre sí por canales, a través de los cuales pueden pasar gases.

La velocidad de aplicación de la presión es otro factor que se ha de considerar, pues si aquella es demasiado elevada, los gases no tienen oportunidad para desprenderse. La densidad, la resistencia a la tracción y alargamiento tienden a aumentar con la temperatura y el tiempo de sinterización, pero los compactos obtenidos a grandes presiones tienden a disminuir la densidad al aumentar la temperatura [MOR 2004]. Esto se debe a que se puede producir un ensanchamiento en lugar de una contracción, debido al escape de gases aprisionados o sueltos.

3.3.1.1. Empleo de espaciadores

Entre las técnicas desarrolladas, existe una variante para construir materiales porosos que emplea espaciadores. Entre las ventajas logradas con esta técnica está la capacidad de control y ajuste de características como cantidad y forma de los poros, así como la distribución de tamaño de los mismos [BRA 2000, ESE 2007, KOT 2007, LAP 2005, WEN 2002].

Son métodos que parten de material en estado sólido, y se puede distinguir entre aquellos los que usan espaciadores (*space holders*) y los que no los usan. En aquellos que sí usan, el polvo metálico es mezclado primero con un material de relleno, o espaciador, en forma de polvo. La mezcla se compacta entonces en una preforma, que posteriormente se sinteriza (ya sea antes o después de que se retire el material de relleno) de manera que las partículas de metal quedan unidas en una red sólida. Los espacios ocupados por las partículas de relleno en la preforma se convierten en los poros en el metal poroso resultante (de ahí el nombre de espaciadores aplicado a este método de fabricación).

Se distinguen tres métodos para la eliminación de los materiales de relleno [FER 2009]. Laptev empleó partículas de bicarbonato de amonio como espaciadores [LAP 2004]. Después de la compactación, las partículas de bicarbonato de amonio se eliminan por descomposición a una temperatura inferior a 200°C. A continuación, el compacto poroso se sinteriza a una temperatura mucho más alta. Un problema de este proceso es que la estructura porosa puede colapsar cuando se retira el material de relleno, especialmente para componentes de gran tamaño, porque no hay unión por difusión entre las partículas de metal a la baja temperatura de descomposición usada.

El proceso de sinterización y disolución (SDP) [ZHA 2001] utiliza partículas de NaCl como espaciadores, que se disuelven en agua después de que se completa la sinterización. Una desventaja del SDP es que sólo se puede aplicar a los metales con temperaturas de sinterización más bajas que el punto de fusión del NaCl.

El método al Carbonato Perdido (LCS) [ZHA 2005, ZHA 2008] utiliza partículas de carbonato de potasio como espaciadores. Debido a que el carbonato de potasio tiene un alto punto de fusión (901°C), la mayoría de los metales se pueden sinterizar por debajo de esta temperatura para formar un cuerpo con uniones totales o parciales entre las partículas de metal. Como consecuencia de ello, el proceso LCS se puede aplicar a una gama mucho más amplia de metales y aleaciones. Más importante aún, el carbonato de potasio se puede retirar ya sea por disolución en agua o por descomposición a una temperatura por encima de su temperatura de fusión, haciendo del LCS un proceso versátil y eficiente.

Los metales porosos producidos mediante el uso de espaciadores tienen estructuras porosas bien definidas. En efecto, los poros son réplicas negativas de las partículas del material de relleno, por lo que sus formas y tamaños se determinan por la morfología de las partículas del espaciador. La porosidad es, por lo general, ligeramente mayor que la fracción en volumen del material de relleno en la preforma de la mezcla de polvos, debido a los huecos vacíos existentes en dicha mezcla. Los metales porosos producidos por esta técnica tienen poros abiertos, es decir, los poros están interconectados. La porosidad se puede variar entre un 50-85%, sin que el material de relleno quede atrapado en la matriz metálica [ZHA 2003].

Aunque la estructura porosa es macroscópicamente uniforme, la distribución de los poros es al azar en el nivel del tamaño de los poros, lo que conduce a una alta tortuosidad. También es posible producir estructuras híbridas o estructuras gradiente con diferentes tamaños de poro y/o porcentaje de porosidad en un solo componente. Una característica importante de estos materiales es que tienen una distribución bimodal de tamaños de poro, a saber, macroporos resultantes de las partículas del espaciador y microporos en las paredes de los poros anteriores formados por la sinterización parcial del polvo de la matriz metálica [GON 2011]. Como resultado, las macroporos tienen superficies internas ásperas.

3.3.1.2. Modos de compactación axial

Por último, se habla de compactación uniaxial de simple o doble efecto, en función

del movimiento de los punzones en el proceso de prensado. Lo más habitual es emplear compactación uniaxial de efecto simple, aquella en la que el punzón inferior permanece estático, siendo únicamente el superior el que se desplaza hacia el interior de la matriz. En el de doble efecto, se desplazan tanto el superior como el inferior, de forma simultánea, para conformar la pieza y asegurar así una distribución más simétrica de la porosidad en las piezas.

3.3.2. Con prensado isostático previo en frío

Esta variante consiste en la compactación isostática antes de la sinterización. Aquí la conformación de la pieza tiene lugar al aplicar la presión de manera uniforme a un recipiente deformable que contiene el polvo metálico a compactar. Esta técnica es especialmente útil en la fabricación de componentes que tienen una gran relación de longitud a diámetro. Una vez extraída la pieza en verde, se procede a su sinterización como en el método anterior.

Pueden obtenerse componentes desde 3mm de diámetro en adelante, aunque el tamaño de las prensas permitiría llegar hasta 1,8m. Las longitudes están también limitadas a los tamaños de las prensas, más que a la propia técnica. Las tolerancias en diámetro son del 5%.

3.3.3. *Loose Sintering*

Una variante del proceso consiste en la sinterización de polvos no compactados, a los que no se les ha sometido a una etapa previa de prensado. Básicamente, el polvo metálico es vertido dentro de un molde, el cual es calentado hasta la temperatura de sinterización en una atmósfera apropiada. No se aplica ninguna presión exterior para dar forma a la pieza. Para favorecer una mejor distribución de los mismos, se aplica un vibrado suave y continuo en el molde de grafito [GON 2009]. Además, se hace necesario que los polvos usados se unan por difusión con facilidad.

Dado que no hay presión de compactación, la densidad en verde inicial es la densidad aparente, o densidad de golpeo si el polvo es sometido a vibración. La forma y complejidad de las piezas que se pueden hacer por este método dependen en gran parte de las características de flujo de los polvos. Debido a que la contracción ocurre usualmente durante el sinterizado, esta solo puede usarse en

formas donde la contracción pueda presentarse sin restricciones del molde que causen agrietamiento. Las características requeridas del material del molde para *loose sintering* son [UPA 2002]:

1. Debe ser fácil de maquinar o formar
2. Deberá soportar la temperatura de sinterización sin deformación apreciable
3. No debe soldarse al polvo durante el sinterizado

Los moldes son maquinados o fundidos a partir de cerámicas basadas en alúmina para establecer la forma [GER 1998]. El grafito también puede usarse cuando éste no reacciona con el polvo, es probable que, incluso en este caso, lavar los moldes sea suficiente para prevenir la reacción.

Por lo general, esta técnica se aplica solamente a estructuras porosas, debido a que las formas son simples y la densidad de la pieza sinterizada es baja. Si se emplean partículas muy pequeñas, es posible obtener alta densidad después del sinterizado. Sin embargo, la geometría no es más complicada que la cavidad del molde cerámico. A menudo, ésta no es muy precisa, por lo cual el tamaño del sinterizado tampoco lo será.

Hay que tener en cuenta que, en este caso, la sinterización es más compleja. Al no aplicarse presión al polvo, cualquier capa de óxido no reducible sobre la partícula prevendrá el contacto metal-metal e inhibirá el sinterizado [SRI 2007]. Por esta razón, no debe aplicarse esta técnica a polvo de aluminio, por ejemplo. Acero inoxidable, titanio, níquel y aleaciones y ciertas piezas de bronce se procesan con mayor frecuencia por este método.

Como las temperaturas de sinterización suelen ser bajas, la contracción del sinterizado también es pequeña, dejando lugar a una estructura porosa. El coste de producción es bajo, pero también lo son las propiedades del sinterizado. En consecuencia, este proceso tiene un uso bastante limitado.

Las ventajas incluyen altas tasas de producción, buen control de la permeabilidad y excelente reproducibilidad dimensional. Las piezas porosas obtenidas por este método tienen dimensiones entre 0,5 mm y 300 mm de diámetro, con una relación altura-diámetro preferiblemente inferior a 2,5.

3.3.4. Sinterización eléctrica: técnicas disponibles

Antes de pasar al desarrollo del estado del arte, se hace necesario ilustrar ciertos conceptos para poder comprender los procesos involucrados en esta rama del trabajo de investigación realizado.

En primer lugar, conviene definir la sinterización por descarga eléctrica. Por una parte, la sinterización es aquel proceso que permite que finas partículas de un compuesto en polvo se unan entre sí formando una única pieza mediante la acción de la temperatura. La sinterización se encuentra normalmente como la etapa esencial del conformado por compactación de polvos metálicos con aplicación de calor. Se entiende como compactación de polvos metálicos, el proceso por el cual las partículas de un material en polvo se unen mutuamente por la acción de una fuerza exterior, con o sin la aplicación de calor, para formar una pieza cohesionada.

Por otra parte, la descarga eléctrica es uno de los métodos que permiten alcanzar elevadas temperaturas en polvos de materiales conductores por el paso de una corriente eléctrica que incrementa su temperatura. Existen otras técnicas para alcanzar altas temperaturas que se pueden utilizar de manera combinada o individual, como puede ser el uso de hornos, visto en el capítulo de *Loose Sintering*. Sin embargo, la sinterización por descarga eléctrica constituye una alternativa en expansión [GRA 2009, ORR 2009, PER 2011].

En segundo lugar, es necesario definir qué se entiende por microgravedad. Se describe como un estado en el que se aprecia una situación de peso nulo, en la cual el cuerpo se encuentra bajo el efecto de una aceleración negativa de $1g$ en un eje polar definido a partir del centro de la Tierra. Esta g se corresponde con la aceleración de la gravedad, la cual se considera con el valor estándar aproximado de $9,807\text{m/s}^2$.

Estas condiciones de microgravedad se pueden obtener mediante diferentes técnicas: vuelos parabólicos, torres de caída libre o experimentos en órbita.

Los experimentos en órbita, de enorme interés por disponer de tiempos elevados de experimentación en microgravedad, no van a ser abordados en el ámbito temporal y económico de este trabajo de tesis. En relación a los vuelos parabólicos, ya se han realizado actividades similares dentro del programa de vuelos parabólicos de la Agencia Espacial Europea (ESA) por parte de un grupo de alumnos de Ingeniería Aeronáutica de la Universidad de Sevilla. Los resultados serán presentados

oportunamente. Sin embargo, la ESA suspendió este tipo de programas en el curso de esta investigación.

Así, la opción que parece factible en este caso es la del uso de la torre de caída libre "El Desafío" sita en las instalaciones del parque temático "Isla Mágica" de Sevilla. Posteriormente al estudio de esta torre, se encontraron ciertas dificultades para desarrollar la experimentación en la misma. Finalmente se ha diseñado una experimentación similar en una torre de caída libre propia a montar en la Universidad de Sevilla.

Dentro de la pulvimetalurgia se engloban múltiples modalidades de procesado, entre las que han destacado en los últimos tiempos las técnicas F.A.S.T. (*Field-Assisted Sintering Techniques*). La característica fundamental de todas las técnicas englobadas bajo este acrónimo es la rapidez y el uso de la corriente eléctrica.

Esta técnica se caracteriza por emplear corriente eléctrica para realizar la sinterización, aprovechando el efecto Joule que se produce con el paso de corriente a través de un cuerpo.

En 1906 Bloxam generó la primera patente sobre sinterización de polvos usando una corriente continua en vacío. De hecho, se logró producir a escala industrial filamentos para lámparas incandescentes por compactación de partículas de tungsteno o molibdeno. La corriente favorecía la reducción de óxidos superficiales, lo que provocaba el aumento de la emisividad de los filamentos. En 1913, se comienza a combinar corriente eléctrica con presión, lo que significó un gran avance en la sinterización de metales refractarios. A partir de 1932 se inician métodos de sinterización con corriente pulsada o alterna, eventualmente superpuesta a una corriente directa. Pero no fue hasta 1966 cuando Inoue logró generar la primera patente que utilizaba en exclusiva corriente pulsada [GRA 2009].

Una de las técnicas más estudiadas tanto experimental como teóricamente en los últimos años por diversos investigadores, es la denominada S.R.E. (Sinterización por Resistencia Eléctrica). Ésta consiste fundamentalmente en la aplicación de una corriente eléctrica alterna de baja tensión y alta intensidad a través del polvo contenido en una matriz aislante, en tanto que, simultáneamente, se aplica presión. Dado que los requerimientos eléctricos (baja tensión y alta intensidad) son perfectamente satisfechos por un equipo de soldadura por resistencia, éste puede servir de base para la implementación de dicha técnica.

Combinando el prensado y la sinterización, se elimina una etapa del procesado

además de minimizar cambios dimensionales y mejorar las propiedades físicas de muchos compactos. Como desventaja principal, resulta obvio que el ritmo de producción es lento, con una implementación limitada o nula. Además, a altas temperaturas la lubricación juega un papel limitante fundamental, y la expulsión de la pieza puede resultar delicada y tener que realizarse en atmósfera protectora [MON].

También ha habido grandes desarrollos en otras tecnologías F.A.S.T., pero la sinterización por descarga de condensadores es la que ha proporcionado mayores avances en los últimos años [GRA 2009]. Dicha técnica denominada como C.D.E. (Consolidación por Descarga Eléctrica), pese a no ser una técnica muy extendida, presenta potenciales beneficios que la convierten en la técnica más prometedora para uso en la torre de caída libre. En particular, el tiempo de ciclo, extremadamente corto, de sólo algunos milisegundos, que permite realizar el proceso de sinterización en el tiempo de microgravedad disponible.

3.3.4.1. Consolidación por descarga eléctrica

En esta modalidad, la corriente eléctrica que atraviesa el polvo también es de elevada intensidad, pero, a diferencia del proceso de S.R.E., la tensión puede alcanzar valores muy superiores. Esta combinación (alta intensidad y alta o moderada tensión) puede lograrse mediante la descarga de energía almacenada en un banco de condensadores. El proceso es sencillo, está basado en la carga de los mismos a un nivel de tensión elevado y su posterior descarga al cortocircuitarlos con el polvo. La tensión e intensidad aplicadas tienen un carácter exponencialmente decreciente con el paso del tiempo.

La diferencia principal entre ambas técnicas reside en la potencia generada y en la rapidez del proceso. En el caso del S.R.E., la tensión puede estar en torno a 10V y la intensidad sobre unos 40kA, manteniéndose dichos valores constantes en el tiempo. En la C.D.E., las potencias que se alcanzan son muy superiores, pero su duración oscila entre micro y milisegundos en función del equipo empleado.

Muy diversos autores han abordado el estudio fundamental de la técnica CDE y los mecanismos de sinterización asociados [VAZ, MAR 2006].

Una de sus principales ventajas es que no hay necesidad de una atmósfera controlada, incluso durante la sinterización de materiales altamente reactivos como el titanio, por ejemplo.

En el mundo de la soldadura eléctrica, esta técnica se emplea en la soldadura por puntos. Se fundamenta en que el fluir de la corriente eléctrica por el polvo provoca la generación de microsoldaduras en un período muy breve de tiempo, del orden de los milisegundos. Esta rapidez del proceso constituye una de sus principales ventajas, ya que permite no utilizar atmósferas de vacío o protectoras u hornos de alto consumo, reduciendo de manera importante el consumo energético.

Por otra parte, otra gran ventaja que se atribuye a esta técnica es la capacidad de obtener materiales metaestables y nanocristalinos, es decir, que se preserva la nanoestructura inicial inherente a los polvos de partida, siendo ésta una consecuencia directa del reducido tiempo característico del proceso. Esta cualidad hace posible la fabricación rápida de piezas destinadas a aplicaciones magnéticas con propiedades nunca antes conseguidas, lo cual ofrece posibilidades derivadas destacables [PER 2011, ORR 2009, FAI 2010].

Otra importante ventaja que ofrece esta técnica es la posible eliminación de la capa superficial de óxido o hidróxido que envuelve a las partículas de polvo. Es importante, ya que estos compuestos empeoran la sinterabilidad del polvo. Generalmente, el prensado en frío al que se someten previamente los polvos, es suficiente para retirar en parte estos óxidos. En ciertos casos, la alternativa tradicional consistía en someter a los polvos a un complejo y costoso proceso de extrusión que requería disponer de equipos adicionales.

No queda claro si la eliminación de las películas de óxido mediante esta técnica está relacionada con el nivel de tensión empleado. Al alcanzar valores altos o moderados se provoca la ruptura dieléctrica de las capas, haciéndolas conductoras y permitiendo el paso de una elevada intensidad. Además, el elevado aumento de temperatura causado por el paso de la corriente basado en el efecto Joule, lleva asociado un reblandecimiento (o incluso fusión en algunos puntos) del metal sobre el que había crecido el óxido, de tal forma que éste se fractura. Los subsiguientes procesos de reordenación provocan la eliminación de restos de las películas superficiales.

El proceso descrito es viable y efectivo incluso sin aplicación de presión. Basta aumentar el nivel de tensión aplicado a los polvos. Esto permite que las piezas consolidadas por esta técnica tengan un alto grado de porosidad. Esta posibilidad representa la diferencia fundamental con la técnica de S.R.E., ya que en dicha técnica, los polvos con resistencia eléctrica muy elevada son muy difíciles de

procesar, lo cual es causado porque la intensidad de corriente que consigue atravesar el agregado de polvo toma valores muy reducidos.

Además, frente a la sinterización convencional fundamentada en el prensado en frío y la sinterización en horno, esta técnica ofrece un ahorro energético muy significativo derivado de su enorme rapidez. Así como la no necesidad de una etapa de recalibrado final; de igual forma que el resto de técnicas de conformación en caliente (a las que pertenece en cierta manera la C.D.E.), ya que la forma que adquiere la pieza tras el proceso es la definitiva.

Atendiendo a estudios realizados en relación con la C.D.E., la principal ventaja que puede argumentarse es que los equipos de descarga por condensadores son, en general, de precio inferior que las máquinas de soldadura por resistencia [GAR 2005, MON 2006]. Asimismo, pueden aducirse otras razones de índole más técnica: como que la energía se toma de un banco de condensadores y no de un transformador, por lo que la energía máxima que el equipo es capaz de suministrar no dependerá tanto de la acometida energética de que se disponga y sí del dimensionamiento del mismo. Esto permite adecuar fácilmente el montaje a las características concretas deseadas.

3.3.4.2. Aplicaciones industriales

Anteriores estudios han demostrado que no existe fácil acceso, o simplemente no son conocidos, equipos industriales para la aplicación de esta técnica [DOM 2010], sin embargo su elaboración resulta relativamente asequible y rentable analizando los beneficios latentes.

Esta técnica no se encuentra actualmente implantada en la industria, pero se considera que puede resultar ventajosa para la fabricación de pequeñas piezas pulvimetalúrgicas destinadas a la joyería, filtros e implantes/prótesis porosos y piezas destinadas a aplicaciones magnéticas. Ofrece resultados especialmente favorables cuando se buscan piezas finales con un alto grado de porosidad o cuando sea totalmente necesario preservar la nanoestructura inherente de los polvos de partida.

A continuación, se enumeran los beneficios que se recogen en diversos estudios del uso la técnica C.D.E., en caso de aplicarse a la fabricación de piezas de interés industrial [ARM 2001]:

- Fabricación de piezas para joyería-bisutería

Las características especiales de las piezas resultantes de la aplicación de esta técnica en combinación con presión simultánea, parecen especialmente recomendables para la fabricación de grandes tiradas de pequeñas piezas de polvos muy caros. Esto es especialmente representativo en el caso de los metales preciosos, incluido el titanio.

Además, estas piezas no suelen estar sometidas a sollicitaciones mecánicas especialmente elevadas, por lo que obtenerlas con alta porosidad constituye un considerable ahorro, ya que se reduce la cantidad de polvo de partida. Por otra parte, una ventaja adicional es que las piezas salientes de este proceso bajo presión, requieren un acabado final no diferente del que se requiere con los actuales procesos de moldeo.

Salvo en el caso de los antiguos incas, no se ha aplicado de manera significativa la tecnología pulvimetalúrgica a la fabricación de joyas.

- Fabricación de filtros porosos

Otra posible aplicación del proceso de C.D.E. puede ser la elaboración de pequeños filtros (por ejemplo, de acero inoxidable o de bronce). Con las técnicas pulvimetalúrgicas convencionales (de prensado en frío y de sinterización en horno) no resulta fácil, aunque sí viable.

Mediante la técnica de C.D.E., el polvo podría ser consolidado con la aplicación de una reducida carga de compresión. El resultado es una pieza con alto grado de porosidad, ya que es la corriente eléctrica la que provoca las uniones entre partículas de agregado de polvo (de manera análoga al caso de las microsoldaduras).

El tamaño del poro del filtro resultante se puede controlar eligiendo la granulometría adecuada del polvo inicial, controlando la porosidad final del compacto (variando la propia fuerza de compresión), así como el espesor de la propia pieza final.

- Fabricación de piezas porosas destinadas a implantes o prótesis

En determinadas piezas destinadas a implantes, es necesario alcanzar un cierto nivel de porosidad, ya que éste favorece la integración con las estructuras orgánicas.

Al igual que en el punto previo, esta técnica permite obtener piezas con alto grado de porosidad. En este caso, sólo la potencia eléctrica del equipo de descarga supondrá un factor limitante para el tamaño de las piezas.

▪ Fabricación de piezas magnéticas mejoradas obtenidas a partir de polvos nanocristalinos o amorfos

Existe un alto número de piezas magnéticas de pequeño tamaño que son susceptibles de fabricarse mediante la técnica de C.D.E. en combinación con la aplicación de presión y que además verían mejoradas sus propiedades. Estas mejoras se fundamentan en la gran rapidez de la técnica, que permite dejar inalterada la nanoestructura inicial de los polvos. Este es un hecho significativo, ya que la naturaleza nanocristalina en materiales magnéticos duros mejora su coercitividad, incrementando su dureza magnética. De manera adicional, es posible que también se viera mejorada su remanencia, lo que posibilitaría la reducción de tamaño y, consecuentemente, de peso.

Por otro lado, un material magnético blando amorfo sería mucho más permeable que su homólogo cristalino. Además, su carácter amorfo aumentaría la resistividad eléctrica, lo que lo haría potencialmente indicado para aplicaciones de radiofrecuencia y también para su uso en núcleos de transformadores, que verían mermadas sus pérdidas por corrientes parásitas mejorando su rendimiento de transformación.

Es posible conseguir polvos con naturaleza nanocristalina o amorfos mediante una molienda mecánica de alta energía. El problema surge durante el proceso de consolidación. Con las técnicas tradicionales, se logra una buena cohesión de las partículas, pero se deteriora sustancialmente la nanoestructura del polvo de partida. De tal forma que el proceso de C.D.E. parece especialmente indicado para dar respuesta a esta necesidad.

3.3.5. Sinterización en microgravedad

3.3.5.1. Microgravedad

Para introducir el concepto de microgravedad, conviene definir primero qué se entiende por gravedad. Es una de las cuatro fuerzas fundamentales existentes en la naturaleza, es la fuerza de atracción entre dos masas causadas por la gravitación.

Uno de los primeros en hablar sobre microgravedad fue el matemático inglés Sir Isaac Newton, que la definió en la Ley de gravitación universal. Éste describió en 1687 un experimento imaginario hablando sobre cómo un objeto puede permanecer en órbita mientras cae a la Tierra. Para ello, propuso la hipótesis de que instalando un cañón en la cima de una montaña muy alta, de gran pendiente, y disparando una bala a gran velocidad, la bala podría entrar en órbita con la Tierra.

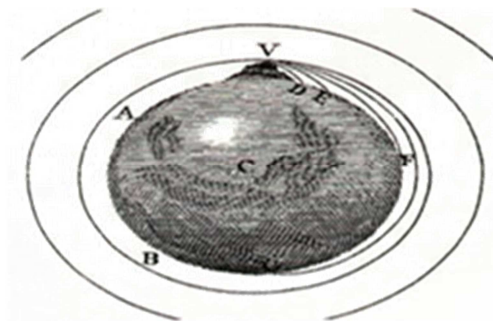


Figura 3-11. Experimento imaginario de Newton

A partir de estas deducciones, se puede definir correctamente lo que se considera como microgravedad: se trata de un estado propio de aquellos cuerpos sobre los cuales los efectos de la gravedad son muy pequeños, casi nulos, pero nunca cero. Es casi imposible conseguir que los efectos desaparezcan por completo. Ya que, pese a disminuir con la distancia la fuerza de gravitación, ésta tiene alcance infinito.

Esta situación se alcanza, por ejemplo, al someter a un objeto, en cercanía a la Tierra, a un estado de caída libre. Este objeto alcanza una aceleración negativa de $9,8\text{m/s}^2$. Se observa en una nave espacial cuando orbita alrededor, en la cual hay microgravedad causada por el estado de caída libre constante y no por la distancia a la Tierra como pudiera pensarse.

Algunos efectos de posible interés relacionados con el estado de microgravedad se describen a continuación:

- **Los fluidos no reciben fuerzas de reacción de los recipientes que los contienen**, es decir, los líquidos pueden estar estancados sin tocar otros elementos y sin recipientes que los paren. Por lo tanto, los fluidos están bajo los efectos de menores fuerzas y se pueden estudiar en condiciones muy diferentes.

- **Diferencias de densidad de fluidos.** En la Tierra, los fluidos más densos siempre fluyen por debajo de los menos densos. En microgravedad, no existen normas que hagan que los fluidos o gases se ordenen de esa manera. Esto significa que en dichas condiciones, los fluidos y los gases son más estáticos en presencia de diferencias de densidad o temperatura, lo cual lo hace idóneo para el estudio de procesos de larga duración.
- **Se relajan las estructuras de sujeción.** Muchas sustancias en la Tierra tienen estructuras internas o externas que mantienen la forma de ese cuerpo u objeto evitando que se caiga. Por ejemplo, el esqueleto humano sostiene las distintas partes del cuerpo. En microgravedad, los huesos no sostienen ningún peso.
- **Los mecanismos dependientes del peso funcionan de manera distinta.** Hay mecanismos de péndulo, por ejemplo, que no funcionan de la misma manera que en la Tierra. Un reloj de péndulo no funciona en el espacio, además de muchos otros mecanismos que tampoco lo hacen. Ocurre también con la distribución de una masa de polvo dentro de un recipiente.

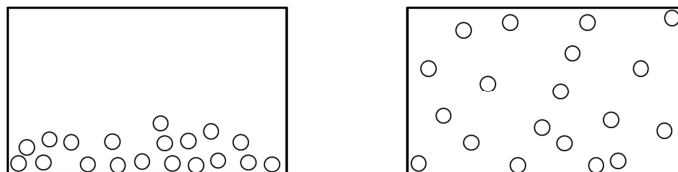


Figura 3-12. Efecto de la gravedad sobre la distribución de una masa de polvo:
a) con gravedad; b) en microgravedad

Se listan a continuación los principales campos en los que se aplican esas ventajas que proporciona la microgravedad:

▪ **Biotecnología**

Se consiguen producir proteínas y virus más rápidamente, lo cual permite crear antibióticos de forma más rápida y eficiente. El uso de condiciones de microgravedad está permitiendo alcanzar diversos avances científicos, como las mejoras en medicamentos, así como en las propiedades de algunos materiales. Estos avances son posibles ya que en condiciones de microgravedad algunos procesos físicos y químicos se producen con una cinética distinta y se eliminan variables inducidas por el ambiente terrestre y sus características (gravedad, vibraciones, atmósfera, etc.). Se puede conseguir, en definitiva, un producto más

puro y con mejores propiedades [SEI 2001].

- Combustión

En microgravedad se investiga con ciertas ventajas sobre combustibles, procesos de quemado, etc. que permitan reducir la contaminación y aumentar la seguridad.

- Fluidos

Es un campo muy amplio que va desde el estudio de la circulación de la sangre hasta la creación de cosméticos. La microgravedad permite evaluar cómo circulan los fluidos en dichas condiciones, lo cual ayuda a diseñar apropiadamente tanques de combustibles para naves espaciales, geles, espumas, etc.

- Física fundamental

En microgravedad se estudian los puntos de transición críticos de los estados de un material, así como los comportamientos de átomos individuales y la teoría de gravitación de Einstein.

- Ciencia de los materiales

Se han logrado mejoras en metales, aleaciones, dispositivos electrónicos, materiales cerámicos y poliméricos; lo cual ha acarreado un aumento de la calidad de aeronaves, ordenadores, etc.

3.3.5.2. Métodos para obtener condiciones de microgravedad

Al clasificar los diversos procedimientos para generar un estado de microgravedad, es conveniente atender a ciertos criterios como los que se describen a continuación [ALF 2006]:

Tiempo de microgravedad: Se define como el intervalo de tiempo en el que el objeto bajo estudio se mantiene en condiciones de microgravedad.

Calidad de la microgravedad: Es una característica que se define teniendo en cuenta las perturbaciones introducidas en la aceleración que percibe el objeto debido al método empleado para aproximarse a condiciones de gravedad nula o microgravedad.

Coste del método: Es un factor fundamental para cualquier proyecto de ingeniería y que en este caso se incrementa sustancialmente con la masa y volumen del objeto, así como con el tiempo de microgravedad requerido.

Como se observa en la Figura 3-13, cada método para obtener microgravedad cubre un cierto rango de valores de los criterios antedichos.

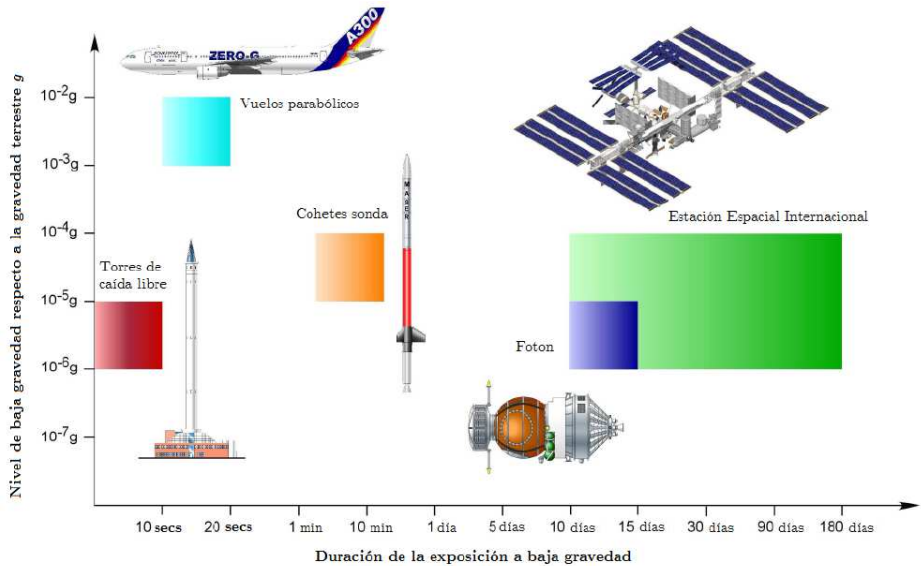


Figura 3-13. Métodos existentes para la consecución de las condiciones de microgravedad según el tiempo y la calidad de la microgravedad

Se observa que, por ejemplo, las torres de caída libre disponen de muy buena calidad de microgravedad pero, en contra, disponen de tiempo muy limitado; al contrario ocurre con los vuelos parabólicos, en los que se dispone de un mayor intervalo de tiempo pero de peor calidad. Asimismo, se dispone de la posibilidad de realizar el experimento en el espacio, lo cual ofrece intervalos de tiempo elevados con gran calidad de microgravedad, pero con unos costes elevadísimos asociados. Por lo tanto, es fundamental decidir qué factor será el más importante para los resultados que se pretenden obtener con el experimento.

Tras detallar las características más importantes que se deben tener en cuenta para la elección de uno de los métodos, se pasa a esbozar sucintamente las diferentes técnicas que se emplean en el ámbito científico para realizar experimentos que requieran de estas condiciones, así como las instalaciones existentes y los experimentos más comúnmente realizados. Hecho esto, se continuará con la enumeración de características positivas y negativas de cada una de ellas, lo que dará lugar a la descripción razonada y al detalle del método finalmente escogido.

SIN SALIR DE LA ATMÓSFERA

I.- Instalaciones en tierra

Las torres de caída libre fueron inventadas por W. Watts en Bristol en el año 1775, quien inicialmente las utilizó para la fabricación de balas. Estas instalaciones permiten alcanzar condiciones de microgravedad al soltar, de forma controlada para no dañarlo, el objeto bajo experimentación desde lo alto de un cilindro hueco.



Figura 3-14. Interior de una torre de caída

Estos cilindros pueden situarse sobre el suelo, lo que sería propiamente dicho una torre, pero también pueden colocarse en el interior de la tierra en un agujero, como es el caso de las instalaciones del Japan Microgravity Centre (JAMIC) en Japón, en las que se reutilizó una antigua mina.

En estas instalaciones no se consiguen más de 10 segundos de microgravedad en el mejor de los casos, ya que existe una relación cuadrática entre el intervalo de tiempo en microgravedad y la altura necesaria de la torre. De hecho, los valores normales se encuentran entre los 3 y 5 segundos.

Esto no es óbice para que este sistema no presente múltiples ventajas: necesita de una inversión inicial no demasiado elevada comparada con el resto de métodos, el coste operativo es bajo, es posible realizar múltiples experimentos con poca separación temporal, la seguridad en las operaciones es prácticamente total y no

sólo eso, la calidad que se puede alcanzar es realmente buena (generalmente inferior a $10^{-5}g$).

Existe un sistema parecido a las torres de caída libre, aunque de dimensiones más reducidas, denominado *drop tube* (tubo de caída libre). Este sistema es apropiado para probar modelos a escala que se vayan a utilizar en sistemas de lanzamiento más importantes, así como para realizar estudios que por sus tiempos característicos sean susceptibles de realizarse en un breve periodo de tiempo. Entre estos últimos destacan los estudios acerca de propiedades de materiales y sobre solidificación de microestructuras [SEN 2006].

Las torres de microgravedad más importantes son:

- Torre Zarm [ZAR 2011, VEK 1997]

Es un gran edificio que se inauguró en septiembre de 1990 y está situado en el campus de la Universidad de Bremen (Alemania). La torre tiene una altura total de 146 metros, de los cuales 110 son con los que realiza la caída libre (4,74s de microgravedad) para una cámara de lanzamiento de 3,5m. La calidad de microgravedad es de $10^{-5}g$ a $10^{-6}g$.

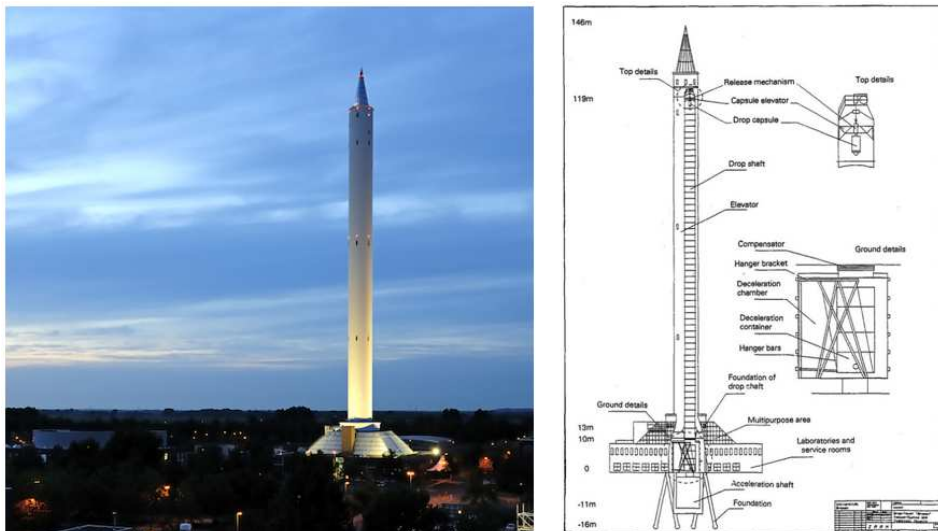


Figura 3-15. Torre Zarm de microgravedad

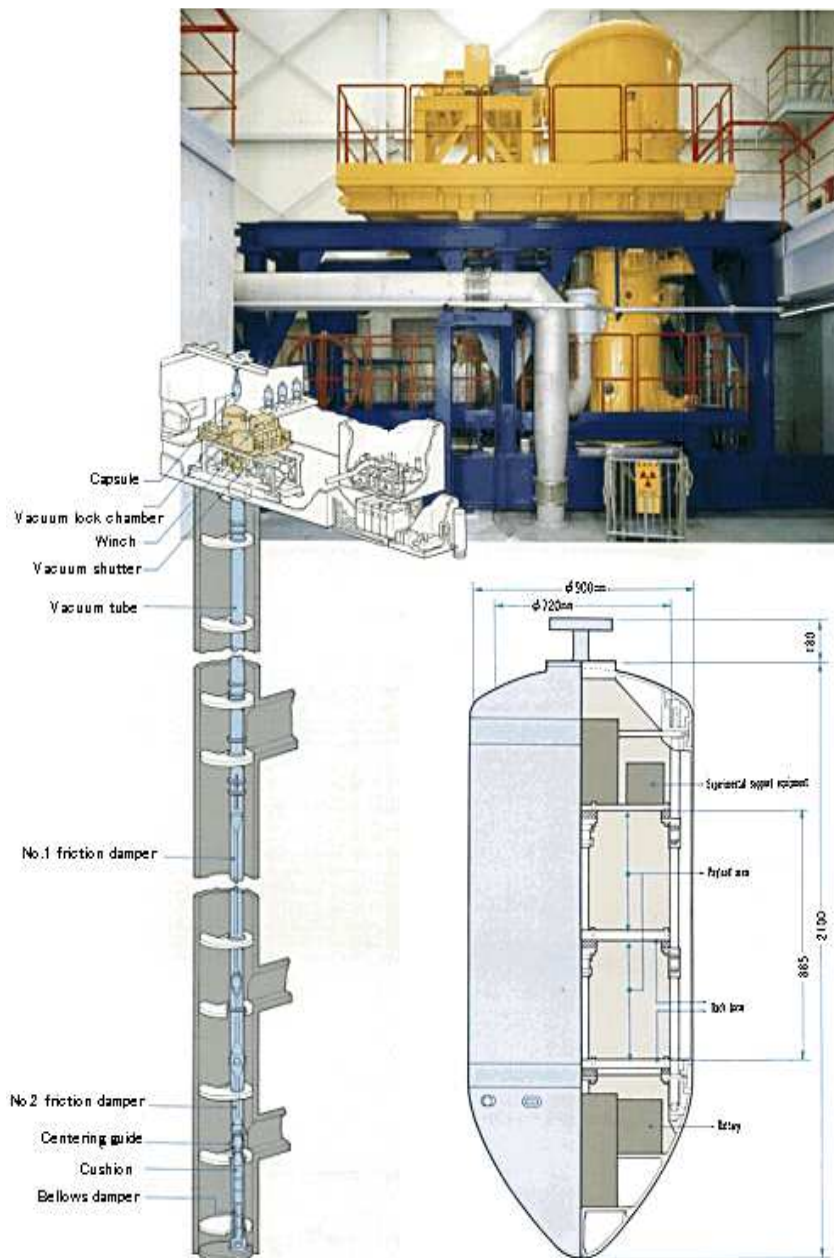


Figura 3-16. Torre del MGLAB

En el interior de la torre está situada la cápsula cilíndrica de diámetro 800mm que contiene el experimento. La longitud de la cápsula puede ser de 1,6 o 2,4m, dependiendo del espacio necesitado. Cuando el experimento ya está colocado en la cápsula, antes del lanzamiento, se aísla a baja presión con un recubrimiento de aluminio. Los experimentos se realizan a una presión de 10Pa. La parte interior del tubo tiene un volumen de 1700m³.

- Torre del MGLAB [GIFU]

Se construyó en el Laboratorio de microgravedad de Japón, situado en la ciudad de Tokio, el 27 de Abril de 1990. La altura de la torre es de 150m, 100 de los cuales son de caída libre y el resto se utilizan para deceleración; 60m adicionales serían para lograr una correcta frenada. El interior del tubo tiene un diámetro de 1500mm y permite reducir considerablemente la resistencia aerodinámica. Con esta torre, se logra un tiempo de microgravedad de 4,5 segundos con una calidad de 10⁻⁵g.

Las dimensiones del hueco interior de la cápsula aprovechables son 720mm de diámetro por 885mm de alto, y la carga puede llegar a alcanzar 400kg. Están permitidos hacer hasta 10 lanzamientos semanales por grupo de investigación, al día sólo se permiten 6 repartidos entre 3 grupos. El precio por lanzamiento supera los 4.500€.

- Torre del AIST

Llamada HNIRI, esta torre está situada en Sapporo. Tiene una altura de tan sólo 10 metros, con los que se consigue un tiempo de microgravedad de 1,2 segundos y una calidad de 10⁻³g.

- Torre del Glenn Research Center

La torre de caída libre de la NASA está situada en Cleveland, Ohio. Tiene una altura de 29,5 metros, los cuales proporcionan un tiempo de microgravedad de 2,2 segundos con calidad de 10⁻⁶g. Puede lanzar una carga total de 453kg a una velocidad media de 80,5km/h. Al final, una gran bolsa de aire hace de cojín para frenar el experimento y así evitar que se dañe. Desde 1959, se han realizado más de 20000 experimentos.

- Torre del INTA [INTA]

Situada en Torrejón de Ardoz, está formada por un tubo vertical de 21 metros

de longitud que proporciona un tiempo de microgravedad de 2,1 segundos. La calidad de la microgravedad depende de la cápsula usada (simple o doble). La cápsula simple proporciona mayor volumen para la instalación del experimento pero menor calidad de microgravedad ($10^{-3}g$). La cápsula doble permite un nivel de microgravedad de $10^{-5}g$, a costa de reducir el volumen disponible. Esta diferencia de microgravedad es debida al efecto del escudo de aire: en la cápsula doble el experimento se fija en una cápsula interior reduciendo considerablemente los efectos aerodinámicos, ya que la exterior actúa como escudo. En cambio, el experimento en el caso de la cápsula simple se fija directamente en la cápsula exterior, con lo cual se reciben todos los efectos aerodinámicos.



Figura 3-17. Torre de caída libre del INTA

- JAMIC Drop Shaft

La torre de microgravedad Jamic, del Japan Microgravity Center, está situada en la isla de Hokkaido (Japón) y es la más alta de todas las que existen. Tiene una

longitud total de 750 metros, de los cuales 490 son de caída libre, con lo que se obtiene un tiempo de microgravedad de 10 segundos y una calidad de $10^{-5}g$. La cápsula está formada por una cápsula interior y una exterior. En el espacio que queda entre ambas se hace el vacío. El experimento va instalado en la cápsula interior, fijado en una plataforma.

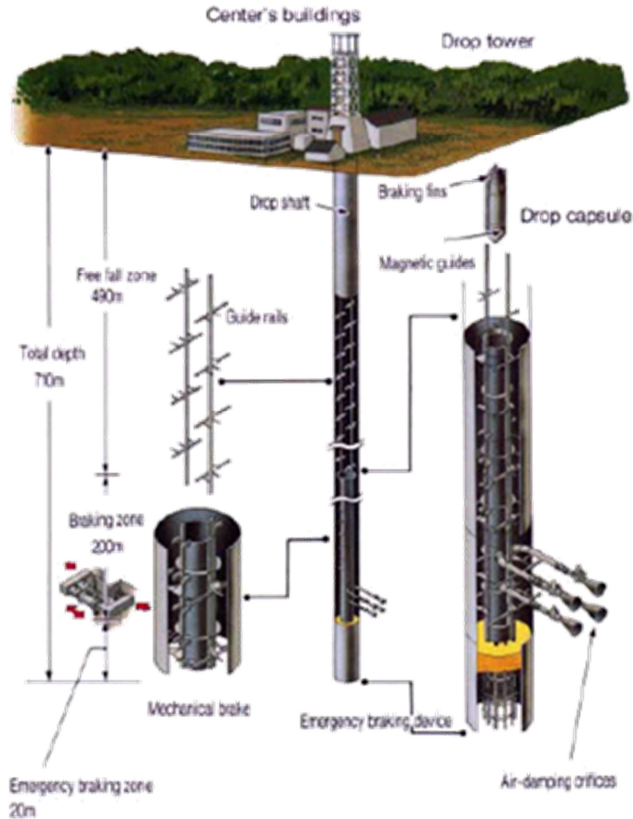


Figura 3-18. Instalaciones del JAMIC

- Tubo de Grenoble

El tubo de caída libre que está localizado en el “Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble” tiene una altura de 47,1 metros, lo que proporciona un tiempo de microgravedad de 3,1 segundos. El diámetro del interior del tubo es de 0,2 metros y se ha fabricado para que se logre tener un vacío casi perfecto (sólo hay una presión de 10^{-6} a $10^{-7}Pa$) para tener una gravedad residual de 10^{-8} a $10^{-9}g$.

II.- Vuelos parabólicos

Se emplean aeronaves que descienden de forma controlada para que en su interior se consiga un estado similar al de caída libre en el vacío. Realizan trayectorias en forma de curvas parabólicas con una amplitud de unos 2.500 metros. Se consiguen unos 20-25 segundos de microgravedad antes de volver a vuelo estabilizado, aunque la duración de cada parábola descrita es de aproximadamente un minuto. Se suelen realizar entre 15-40 parábolas en cada vuelo.

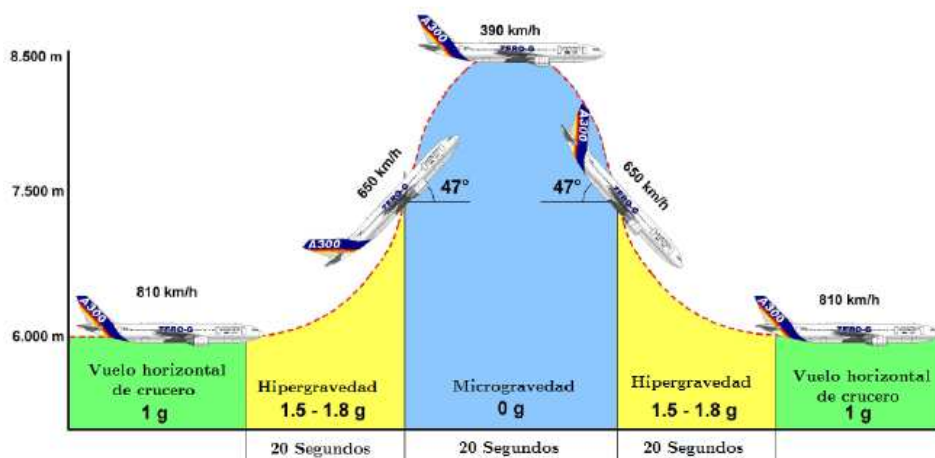


Figura 3-19. Perfil de un vuelo parabólico de la ESA

Su habitáculo está acondicionado con paredes acolchadas, de manera que sirve no sólo para la ejecución de experimentos en microgravedad, sino también para entrenamiento de astronautas.

Este método ofrece algunas ventajas significativas frente a las torres de caída libre, como pueden ser la obtención de un mayor intervalo en condiciones de microgravedad y la posibilidad de interactuar con el experimento. Sin embargo, la principal desventaja que ofrecen es que la calidad es inferior (entre 10^{-2} y $10^{-4}g$) debido a las vibraciones del motor y el aire exterior a la estructura. Además, el coste operativo y de infraestructura es significativamente superior.

Las aeronaves utilizadas para estas misiones son fundamentalmente el KC-135, un Boeing 707 debidamente modificado por la NASA, y el A300 utilizado por la ESA, cuyo perfil de misión típico puede observarse en la siguiente figura.

III.- Tanques de flotación neutral

El agua es el medio que mejor imita la microgravedad del espacio. Por ello, se crearon los tanques de flotación neutral, grandes piscinas de agua que se utilizan para entrenar a los astronautas. Se suelen colocar dentro de estas piscinas maquetas a tamaño real de naves, para familiarizar al astronauta con las maniobras necesarias a realizar en una tarea con traje espacial. En el Centro del Espacio Marshall se encuentra un tanque de flotación neutral, una piscina de 22,5 metros de diámetro y 12 metros de profundidad.



Figura 3-20. Tanque de flotación neutral

FUERA DE LA ATMÓSFERA

I.- Cohetes sonda

Los cohetes sonda constituyen otra plataforma alternativa para permitir alcanzar condiciones de microgravedad y se utilizan desde mediados de los años 50. Aunque se usaron originalmente para la realización de estudios meteorológicos y de las capas superiores de la atmósfera, se comenzaron a emplear como plataforma de experimentación en microgravedad desde finales de los años 70 por parte de las principales agencias espaciales. [CEG 2005, NAS 2005]

Estas plataformas se componen esencialmente de tres partes principales: el sistema propulsivo, los sistemas de servicio (p.e. módulo de telemetría o sistema de recuperación) y la carga útil científica (sección en la cual se encuentran los instrumentos que permiten la realización de experimentos).

Estos cohetes son lanzadores suborbitales que son incapaces de alcanzar la órbita

terrestre, lo cual no es óbice para que puedan proporcionar entre 3 y 13 minutos de ambiente en microgravedad para la realización de experimentos. Por ejemplo, el sistema europeo MAXUS es idóneo para experimentos que necesiten hasta 12 minutos en condiciones de microgravedad.

Siguen una trayectoria parabólica desde el lanzamiento hasta el aterrizaje, el cual se realiza con la ayuda de sistemas de recuperación como paracaídas u otros.

Los cohetes sondas resultan una alternativa bastante interesante como etapa de desarrollo de equipos que estén destinados a un uso final en el espacio, de tal manera que se puedan verificar fácilmente sus características de funcionamiento en condiciones muy semejantes a las de operación. Asimismo, ofrece una alta versatilidad respecto al tipo de disciplinas que pueden aprovechar sus características de operación, destacando principalmente una calidad de microgravedad del orden de las $10^{-4}g$, un acceso relativamente rápido tras la aprobación del experimento y las mínimas condiciones de seguridad requeridas que permiten una alta implicación por parte de los usuarios.

II.- Cápsulas recuperables

Las cápsulas recuperables utilizadas exclusivamente para motivos científicos son naves no tripuladas cuyo diseño deriva de antiguas naves tripuladas soviéticas Vostok y de los satélites de reconocimiento militar Zenit, ambos de los años 60.

Desde la ESA se han realizado en las dos pasadas décadas (continuando con la existente experiencia soviética) sucesivos lanzamientos de las cápsulas Foton. Se lanzan en órbitas casi circulares de baja altitud, consiguiendo niveles de gravedad del orden de $10^{-5}g$ con duraciones alrededor de entre 12 y 18 días de exposición a condiciones espaciales de microgravedad.

Su uso científico se concibió originalmente para investigaciones relacionadas con la ciencia de materiales y actualmente se utilizan también para experimentos del campo de la mecánica de fluidos, la biología o la dosimetría de radiación.

Permiten reducidas restricciones durante la realización de experimentos en comparación con una misión tripulada equivalente, lo que permite la implicación de los usuarios en el desarrollo de los equipos embarcados, la preparación y la ejecución de los experimentos. Además, la amplia experiencia existente en la preparación de sistemas en órbita baja, permite aumentar las posibilidades de éxito

de la misión.



Figura 3-21. Cápsula recuperable

Este tipo de cápsulas ofrecen condiciones ideales para aquellas experiencias que requieran condiciones de microgravedad excelentes y sin perturbaciones, en combinación con exposiciones al ambiente espacial y que busquen profundizar en resultados obtenidos mediante experimentos preliminares en plataformas que ofrezcan una duración inferior. Aunque no se obtengan periodos de microgravedad tan largos como los obtenidos con las estaciones espaciales, sí se pueden obtener datos científicos de importancia, permitiendo el acceso a condiciones espaciales con un coste inferior y de forma más rápida. Además, el uso de cápsulas recuperables permite realizar también estudios sobre la reentrada en la atmósfera.

III.- Estación Espacial Internacional

A lo largo del proceso conocido como “Carrera espacial” entre los EEUU (Estados Unidos de Norteamérica) y la antigua URSS (Unión de Repúblicas Socialistas Soviéticas), se realizaron numerosos intentos por mantener una misión tripulada permanente en el espacio. Entre ellos, las estaciones SALMUT y MIR soviéticas, la Skylab norteamericana y la ISS (Estación Espacial Internacional), siendo esta última la única que permanece operativa actualmente.

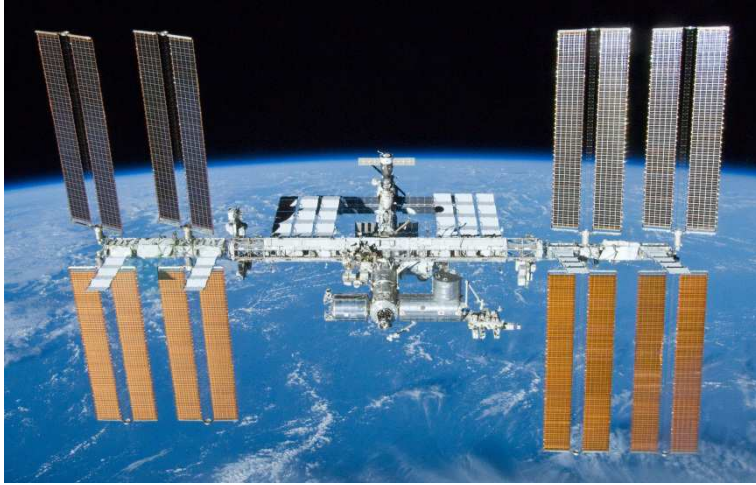


Figura 3-22. Estación Espacial Internacional

Disponer de una estación espacial tripulada permanentemente permite cubrir los siguientes objetivos:

- Estudiar los efectos sobre seres humanos por vivir y trabajar en el espacio durante largos periodos de tiempo, actuando por lo tanto como la piedra angular de la exploración espacial tripulada.
- Acelerar la innovación en tecnología e ingeniería para aplicaciones directas en la Tierra.
- Promover la colaboración entre la industria y los diferentes institutos de investigación.
- Contribuir a la divulgación científica de alto nivel, influenciando en los caminos educativos escogidos por las futuras generaciones.
- Sustener y reforzar la industria aeroespacial caracterizada por su alto nivel tecnológico.
- Actuar como un laboratorio tripulado en órbita para la realización de investigaciones a largo plazo en un ambiente espacial.

Sin duda, la ISS es el lugar idóneo para llevar a cabo experimentos complejos o que requieran condiciones de microgravedad durante periodos de tiempo prolongados. Una de las actividades principales del E-USOC (Spanish User Support and Operations Centre) es la de dar soporte a este tipo de experimentos.

Asimismo, el uso de estaciones espaciales tripuladas ofrece numerosas ventajas,

como pueden ser:

- Capacidad de realizar experiencias en microgravedad (del orden de $10^{-6}g$) durante un periodo de tiempo que puede llegar a ser de aproximadamente unos 6 meses.
- La masa de estos experimentos puede ser muy grande, limitada tan sólo por la capacidad de la nave de carga.
- Además, la ISS está siempre tripulada, por lo que se puede disponer de un operador para manipular el experimento cuando así se requiera. Por lo que la actualización y modificación de los experimentos durante su propia realización se convierte en una opción viable, que permitirá realizar tanto procedimientos establecidos como atender a potenciales problemas.

Actualmente, la ISS ofrece un amplio rango de instalaciones en un ambiente único, de tal forma que su uso depende mayoritariamente de las necesidades de cada usuario individual. Estas pueden ir desde el simple flujo de información de telemetría proveniente de la estación, hasta el uso de grandes racks de investigación dentro del espacio presurizado, pasando por dispositivos que se dejan expuestos durante un determinado tiempo al ambiente espacial o al uso de múltiples recursos embarcados para la realización de una determinada experiencia.

3.3.5.3. Microgravedad y CDE

Finalmente se elige una torre de caída libre como la variante más aconsejable para obtener condiciones de microgravedad y así poder realizar experimentos con sinterización eléctrica en este entorno. Con esta opción se logra alcanzar entre 10^{-5} y $10^{-6}g$ durante unos pocos segundos.

No se han localizado equipos comerciales específicos para poner en práctica esta técnica de sinterización CDE en conjunción con microgravedad. Por lo tanto, se ha diseñado el equipo experimental que se usará en el futuro como banco de pruebas y ensayos para el estudio, experimentación y desarrollo de la técnica C.D.E. en condiciones de baja gravedad.

Independientemente de que no ha sido posible en el marco temporal y económico de este trabajo de tesis fabricar el sistema diseñado, sí se ha realizado la patente del concepto para la producción de productos porosos por la combinación de las dos técnicas, microgravedad y CDE [PAT].

3.3.6. Laser Sintering

Rapid Manufacturing (RM) es una de las tecnologías que se derivan de los procesos de "fabricación aditiva de capas" (ALM). Tradicionalmente, los procesos de ALM se utilizaron para la fabricación de prototipos y modelos de fundición. Sin embargo, los recientes avances en las tecnologías de ALM, así como en los materiales, permiten fabricar piezas de polímeros, cerámicas y metales para una gran variedad de aplicaciones.

El principio de fabricación es relativamente simple. A diferencia del mecanizado, donde el material se extrae de un bloque sólido, o de la fundición, donde el material se funde y se introduce en un molde, estos procesos van construyendo la geometría requerida partícula por partícula, capa por capa, desde abajo hacia arriba.

La pieza se genera habitualmente por la fusión de polvo fino usando un láser o un haz de electrones. La consolidación de la nueva capa sobre la capa anterior se hace por refundición. En total, hay más de 30 diferentes procesos de ALM comercializados por más de 40 compañías diferentes en todo el mundo. La mayoría de estos sistemas se basan en materiales poliméricos, pero poco a poco los materiales metálicos van ganando terreno.

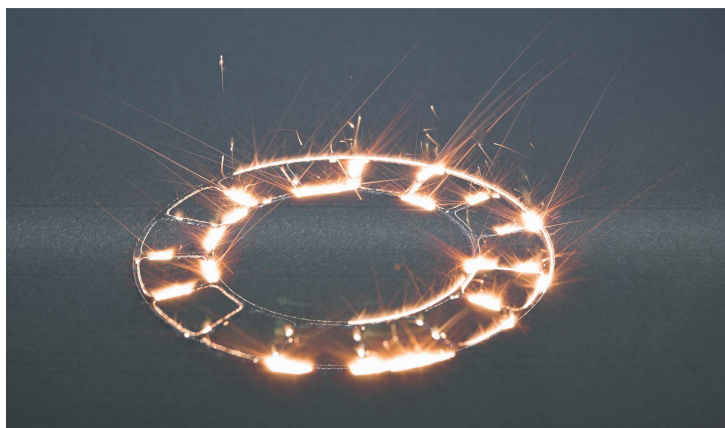


Figura 3-23. Proceso de exposición

Las tecnologías del RM aparecieron a finales de los '80, cuando procesos como la estereolitografía (SLA), modelado por deposición fundida (FDM) y sinterización selectiva por láser (SLS) se presentaron como soluciones para la fabricación de piezas prototipo directamente desde CAD en 3D; así surgió el término de *Rapid*

Prototyping (RP). En dicho periodo el material procesado era exclusivamente de tipo polimérico.

A mediados de los '90, la evolución de los sistemas de ALM permitió la fabricación de partes casi metálicas directamente de datos CAD 3D sin la necesidad de una fundición rápida intermedia. La principal limitación fue que la parte final, aunque se asemejaba a la buscada, no tenía las características mecánicas y metalúrgicas deseadas.

A finales de esa década, los avances en potencia del láser así como en el control de la tecnología de haz de electrones, permitieron desarrollar sistemas de ALM capaces de fabricar piezas metálicas. El proceso para piezas metálicas aún no ha alcanzado su máximo potencial, no sólo por la falta de conocimiento acerca de las tecnologías disponibles, sino también por la relativa inmadurez de las tecnologías que se ofrecen. Por otra parte, la mayoría de piezas metálicas van a ser sometidas a mayor estrés, carga y/o exposición ambiental que en el caso de piezas poliméricas. Por lo tanto, la validación del proceso así como la de los materiales, es de mayor consideración. De nuevo, esto en muchos casos ha frenado la implementación de la tecnología. Sin embargo, no hay duda de que el RM de piezas metálicas va a ser de gran ayuda en empresas, por ejemplo, del sector aeroespacial.

El sistema más conocido para fabricación RM de piezas metálicas es el de polvo en lecho. Se incorpora una cámara en la cual se deposita la materia prima en forma de polvo sobre una plataforma de construcción. Ésta se mueve en el eje z en pasos incrementales iguales al espesor de la capa deseada. Una fuente de energía como un rayo láser o haz de electrones se dirige hacia la superficie de la plataforma usando espejos de exploración o campos magnéticos.

El proceso se inicia mediante el depósito de una sola capa de polvo, por lo general 0,02-0,2mm sobre la plataforma de construcción. Después, el láser escanea toda la superficie. Esto consolida el material en polvo, no sólo con las partículas a su alrededor, sino también con el material de capas anteriores. Después de que toda la capa sea consolidada, la plataforma se desplaza hacia abajo y otra capa de polvo suelto se deposita. El proceso de fusión se repite con los datos de escaneo para la siguiente capa. Esto se repite una y otra vez hasta que la última capa se consolida. Con los sistemas basados en láser directo, todo el proceso se lleva a cabo en una atmósfera de gas inerte. Sin embargo, para el sistema de haz de electrones, el proceso se lleva a cabo en vacío.

Hasta la fecha, una amplia gama de metales han sido procesados utilizando esta técnica: acero inoxidable, acero martensítico, cromo, cobalto, Inconel, titanio (puro y aleaciones) y aluminio.

Cada una de las variantes de la tecnología descrita tiene sus propias ventajas, únicas, como la flexibilidad de materiales, velocidad de construcción, tiempo de ciclo, grosor de la capa, precisión, repetitividad, acabado superficial y propiedades metalúrgicas. Algunos procesos de construcción se llevan a cabo dentro de cámaras con calor para reducir las tensiones residuales, mientras que otras piezas son tratadas térmicamente a posteriori para tratar de eliminar dichas tensiones.

Sería un error a día de hoy el generalizar que las tecnologías ALM puedan utilizarse para la fabricación en masa de piezas, ya que en la mayoría de casos se utiliza para rediseño y ajuste de forma, así como para prototipos. Esto resulta muy útil, por ejemplo, en la industria aeroespacial, donde los materiales y procesos de producción aún no están plenamente desarrollados. Sin embargo, ha sido validado en la industria médica para la fabricación de implantes.

Los costes directos de fabricación son altos. No sólo por el coste de la máquina; también hay que sumar los costes de materia prima y la velocidad de producción relativamente lenta de algunas tecnologías. Las partes resultantes pueden parecer desproporcionadamente caras en comparación con piezas mecanizadas. Sin embargo, para muchos usuarios, la complejidad geométrica que se alcanza con el RM, junto con la ventaja de no necesitar apenas post-procesado, es convincente. Cabe destacar, sin embargo, que aún no es posible la fabricación de cualquier geometría: existen limitaciones de tamaño. Por otra parte, ciertas geometrías pueden causar problemas por tensiones residuales durante la fabricación, lo cual puede resultar en delaminación. Actualmente, la experiencia del operador es la única manera de predecir si una geometría tendrá una exitosa construcción.

A modo de resumen, cabe decir que el RM puede considerarse como una de las tecnologías emergentes más importantes para ayudar a impulsar la economía de fabricación en el futuro. Una de las ventajas más notables del RM es la potencial eliminación de herramientas. Sin las limitaciones de las herramientas de fundición o piezas de fundición, mecanizado o plantillas y accesorios, el RM ofrece a los fabricantes la capacidad de producir pequeños lotes a coste razonable, o la capacidad de fabricación de piezas con múltiples iteraciones en el diseño: es decir, permite la reducción de costes de fabricación, montaje e inspección.

En los últimos años, ha habido un incremento casi exponencial en el uso del RM. Puede verse en aplicaciones tan distintas como en componentes aeroespaciales y de automoción, embalajes, implantes médicos, así como en productos cotidianos de consumo.

El RM ha sido descrito como "una revolución industrial para la era digital"; aunque aún no sea una revolución, bien hay que decir que el proceso está en marcha. La verdadera capacidad de los sistemas ALM sólo se pondrá de manifiesto cuando innovadores procesos sean validados en nuevos sectores del mercado y que así lo demanden los clientes corporativos.

3.3.6.1. Fusión selectiva por láser

Selective Laser Melting (SLM) es un método de consolidación de polvos que entra dentro de las técnicas de prototipado rápido.

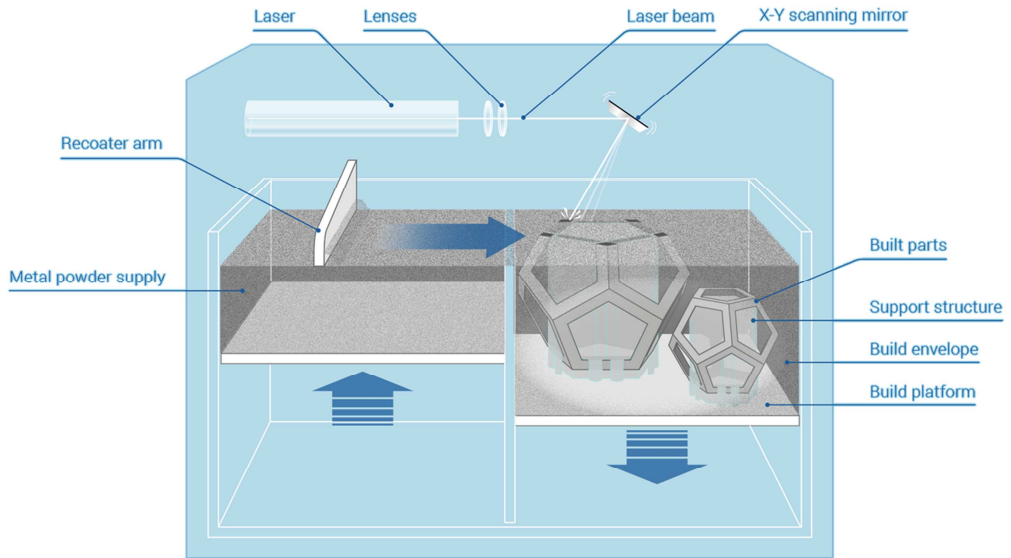


Figura 3-24. Esquema del equipo [ADD]

La estructura del proceso de fabricación de SLM para una pieza sigue siempre el siguiente esquema general:

1. Con la ayuda de un sistema de CAD (Computer Aided Design) se diseña un modelo 3D de la pieza a fabricar.

2. El modelo 3D se discretiza en elementos triangulares (conversión a formato STL: STereoLithography).
3. El modelo discretizado, a través de un software específico, se acondiciona para la fabricación y se establecen los parámetros de fabricación.
4. El fichero de salida, que contiene la información del recorrido del láser en cada capa, se carga en el sistema de prototipado y se inicia la fabricación.
5. Una vez finalizada la fabricación se retira la pieza, se limpia y posteriormente, si fuera necesario, se realiza un post-procesado.

Como su propio nombre indica, el SLM consiste en la aplicación de un láser de alta energía sobre un material en polvo, con el objeto de fundir puntos en la superficie de la capa de polvo depositada, de acuerdo a un patrón geométrico.

La radiación láser se focaliza hacia un punto donde es absorbida por el material generando calor [GUS 2010]. Si la energía aportada en esta zona por el láser es suficiente para alcanzar el punto de fusión del material, las partículas de polvo comienzan a cohesionarse y fundirse. La figura 3-25 presenta un esquema del proceso de interacción del haz del láser con el material (capas de polvo y sustrato).

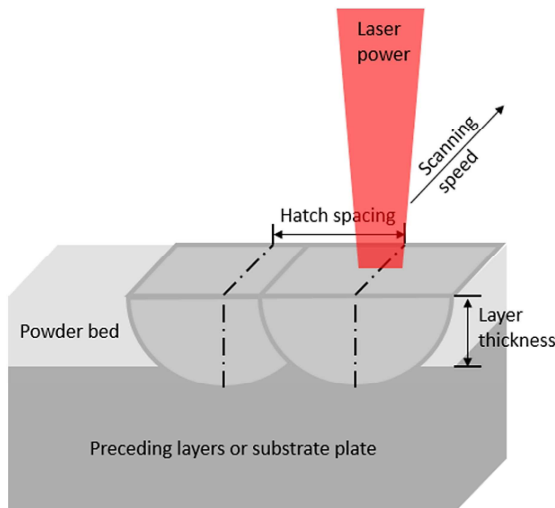


Figura 3-25. Proceso de fundido

El láser, punto a punto, y según una ruta de escaneo definida (*hatching*), completa cada una de las secciones 2D correspondiente al modelo 3D. Los puntos que

componen la línea de recorrido láser se definen por una distancia entre ellos y un tamaño. El tamaño se controla por la mayor o menor focalización (*offset*) del láser sobre la capa de polvo a fundir.

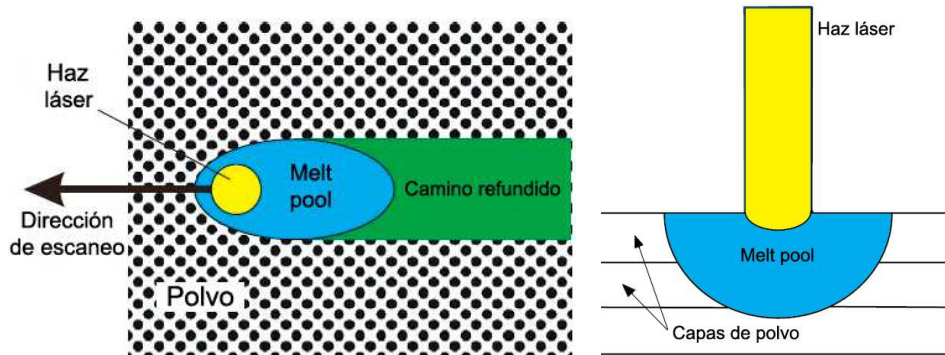


Figura 3-26. Interacción del láser con el material: a) Plano x-y; b) Sección

Tras el paso del láser se forma un área fundida (*melt pool*), generalmente mayor que el diámetro del láser, que deja a su paso un reguero de zona fundida y cohesionada (Fig.3-26, a). Dicha zona alcanza varias capas de profundidad para garantizar la unión entre los diferentes estratos de material (Fig.3-26, b).

Una vez que se ha terminado de fundir la geometría 2D correspondiente a una de las secciones del sólido 3D en la capa de polvo, se coloca una nueva capa y se inicia el proceso nuevamente. En la figura 3-27 se muestra esa etapa terminada, señalándose el recorrido que sigue el láser durante el proceso de escaneo (*hatching*). El proceso continúa depositando un nuevo estrato de polvo y procediendo con el escaneo de la nueva sección.

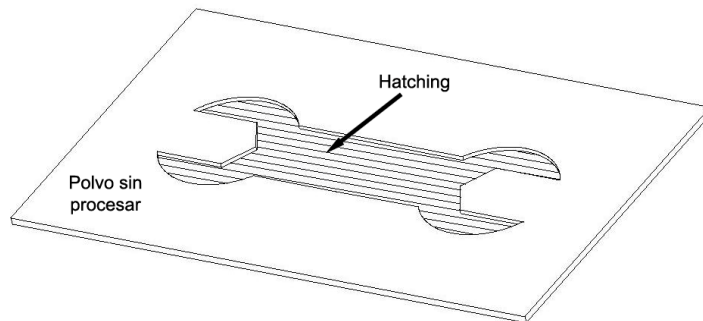


Figura 3-27. Capa

La forma del camino que recorre el haz del láser para cubrir la superficie de la capa 2D que fabrica, también es un parámetro del equipo, a saber, *stripe-hatch* (líneas), *chessboard* (tablero de ajedrez) y *meander* entre otras variantes principales. Mediante experiencias previas de los propios fabricantes de los equipos, se ha establecido que para piezas grandes, los mejores resultados se obtienen con *chessboard*; mientras que para piezas pequeñas, los mejores acabados superficiales se consiguen con la opción *meander*.

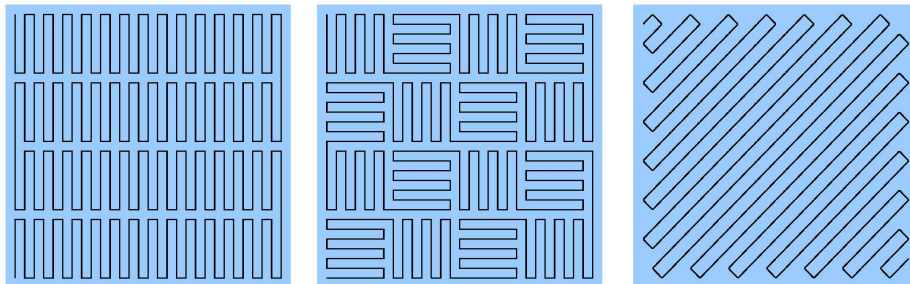


Figura 3-28. Diferentes opciones para el recorrido del láser en cada capa

El proceso de SLM está dominado por numerosos parámetros de fabricación como la potencia del láser, velocidad de escaneo, espesor de la capa, así como la manera de recorrer las superficies (*hatching*). La elección de los parámetros dependerá del material, de la morfología del polvo y la geometría de la pieza a fabricar.

3.3.7. Otras técnicas de sinterización no convencionales

- Para la fabricación de láminas metálicas porosas se usa la laminación de polvos y sinterización. Pueden obtenerse láminas de entre de 0,25 y 3mm de espesor y áreas de hasta 1m². La hoja porosa fabricada a partir de acero inoxidable, cobre, bronce, aleaciones a base de níquel y titanio puede ser cortada, enrollada y soldada en diferentes configuraciones.
- Revestimiento y sinterización de metales. Pueden mezclarse polvos metálicos con aglutinantes especiales para formar una pasta húmeda que se puede aplicar a sustratos porosos o se utiliza para formar piezas con su geometría final. El proceso exige una atención y equipamiento especial para asegurar la eliminación adecuada del ligante y la obtención de una porosidad uniforme.

- Moldeo por inyección (MIM) y sinterización. Los materiales porosos se pueden fabricar mediante el procesamiento MIM mediante la mezcla de polvos de metal con cantidades significativas de ligantes poliméricos especialmente formulados para formar un material viscoso para inyección a alta presión. Debido a la gran cantidad de contracción que se produce durante la separación del aglutinante se requieren equipos específicos de eliminación del ligante y de sinterización.
- Respecto a la fabricación de espumas sintácticas metálicas también existen una variedad de métodos. Los métodos utilizados para la fabricación de compuestos (de partículas) de matriz metálica se pueden adaptar para la obtención de espumas sintácticas compuestas de matriz metálica. Sin embargo, el procedimiento por agitación de un caldo líquido rara vez se utiliza debido a que es difícil de mezclar las partículas cerámicas huecas o porosas en la masa fundida, debido a sus muy bajas densidades. La colada de un caldo líquido infiltrado a presión sobre las partículas se utiliza normalmente para la producción de espumas sintácticas de matrices de bajo punto de fusión, tales como aluminio [ZHA 2007, TAO 2012]. Procesos PM más convencionales pueden usarse para la producción de otras espumas sintácticas, por ejemplo, de matriz titanio [XUE 2011], donde el procesamiento en estado líquido no es adecuado. A diferencia de la infiltración por colada a presión, donde la fracción en volumen de la matriz metálica está fijada en gran medida, las espumas metálicas sintácticas producidas por PM pueden tener proporciones variables de partículas cerámicas / matriz metálica. Por su parte, la porosidad de la matriz de espumas metálicas sintácticas de metal se deriva casi exclusivamente de las partículas cerámicas huecas o porosas. Los poros son cerrados y aislados y el volumen de porosidad es limitado, típicamente menos del 50%, a pesar de que se puede aumentar mediante el uso de partículas de cerámica bimodales [TAO 2009].

Cabe señalar que los métodos PM generalmente tienen costos más altos debido al uso de polvos de alto costo. Sólo deben usarse cuando los métodos con una etapa en estado líquido no son adecuados o no pueden cumplir con las norma de calidad.

3.4. Referencias

[ACA 2010] ACAR, L. y H.Ö. GÜLSOY. *Sintering parameters and mechanical properties of injection moulded aluminium powder*. Powder Metallurgy, **54**(3), 2010, p. 427-431.

[ACC] AccuPyc II 1340 Operator's Manual

[ADD] <https://www.additively.com/en/learn-about/laser-melting>

[ALB 1982] ALBANO-MULLER, L. *Filter elements of Highly porous sintered metals*. Powder Metallurgy International, **14**, 1982, p. 73-79.

[ALF 2006] ALFORD, J. M., G.R. MASON y D.A. FEIKEMA. *Miniature Arcs for Synthesis of Carbon Nanotubes in Microgravity*. Collection of Technical Papers - 44th AIAA Aerospace Sciences Meeting, **18**, 2006, p. 13813-13829.

[ANG 2008] ANGELO, P.C. y R. SUBRAMANIAN. *Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications*. PHI Learning Pvt. Limited, 2008.

[AND 2004] ANDERSEN, O. et al. *Direct Typing- a new method for the production of cellular PM parts*. Proceedings of 2004 Powder Metallurgy World Congress, UK, 2004, p. 183-188.

[APRE] http://www.aprendizaje.com.mx/curso/proceso1/temario1_viii.html

[ARE 2010] ARENAS, J.P. y M.J. CROCKER. *Recent Trends in Porous Sound-Absorbing Materials, Sound and Vibration*. 2010

[ARM 2001] ARMENTA, I.M. *Sinterización rápida de polvos metálicos*. Proyecto fin de carrera, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 2001.

[ASH 2000] ASHBY, M.F., et al. *Metal Foams: A Design Guide*. Editorial Butterworth-Heinemann, Boston, 2000.

[ASH 2007] ASHBY, M. et al. *Materials: engineering science processing and design*. Elsevier, 2007.

[ASM] ASM Handbook, vol 7. Powder Metal Technology and applications (ASM International).

[ASTMB527] ASTM-B527-85. *Test method for tap density of refractory metals and compounds by Tap-Pak volumeter*. Annual Book of ASTM Standards 02.05. Editorial Staff, Philadelphia (USA), 1989.

[ASTMB962] ASTM-B962-13. *Standard Test Methods for Density of Compacted Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes Principle*. American Society for Testing and Materials, 1999.

[ASTMC496] ASTM-C496. *Standard Test Method for Splitting tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens*. American Society for Testing and Materials, 1993.

[ASTMC737] ASTM-C737-88. *Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products*. American Society for Testing and Materials, 1999.

[BAN 2001] BANHART, J. *Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams*. Progress in Materials Science, **46**, 2001, p. 559-632.

[BOO 2003] BOOMSMA, K., D. POULIKAKOS y F. ZWICK. *Metal foams as compact high performance heat exchangers*. Mechanics of Materials, **35**, 2003, p. 1161–1176.

[BRA 2000] BRAM, M. et al. *High-porosity titanium, stainless steel, and superalloy parts*. Advanced Engineering Materials, **2**(4), 2000, p. 196-199.

[BRA 2004] BRAM, M. et al. *Development of porous composite membranes for microfiltration devices*. Proceedings of 2004 Powder Metallurgy World Congress, UK, 2004, p. 183-188.

[CEG 2005] CEGLIA, E., W. CAREY y D. ISAKEIT. *European users guide to low gravity platforms*. ESA Directorate of human spaceflight, microgravity and exploration programmes, 2005.

[CHA] CHAVES, M.F. *Manual de laboratorio (Metalurgia)*. Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla.

[CHU 2005] CHUN, H. et al. *Synthesis, X-ray Crystal Structures, and Gas Sorption Properties of Pillared Square Grid Nets Based on Paddle-Wheel Motifs: Implications for Hydrogen Storage in Porous Materials*. Chemistry European Journal, **11**, 2005, p. 3521-3529.

[DEF] MIL-C-5651D. *Military Specification: Cord, elastic, exerciser and shock absorber, for aeronautical use*. Department of Defense, USA. 1985. http://everyspec.com/MIL-SPECS/MIL-SPECS-MIL-C/MIL-C-5651D_13946/

[DEW 2012] DEWIDAR, M. *Influence of processing parameters and sintering atmosphere on the mechanical properties and microstructure of porous 316L stainless steel for possible*

hard-tissue applications. International Journal of Mechanical & Mechatronics Engineering, **12**(1), 2012, p. 10-24.

[DOM 2010] DOMÍNGUEZ, V. *Implementación de un equipo para la consolidación por descarga eléctrica de polvos metálicos*. Proyecto fin de carrera, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 2010.

[DUP 2011] DUPONT, J.N., J.C. LIPPOLD y S.D. KISER. *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel*. John Wiley & Sons, New Jersey, 2011.

[ELL 1956] ELLIOTT, J.C. US Patent 2751 289, 1956.

[EPMA] European Powder Metallurgy Association. *Introduction to Powder Metallurgy*. http://www.epma.com/doc_details/247-introduction-to-powder-metallurgy

[ESE 2007] ESEN, Z. y S. BOR. *Processing of titanium foams using magnesium spacer particles*. Scripta Materialia, **56**(5), 2007, p. 341.

[ESE 2009] ESEN, Z., E.T. BOR y S. BOR. *Characterization of loose sintered porous titanium and Ti6Al4V alloy*. Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences. **33**, 2009, p. 207-219.

[EST 2011] ESTEBAN, P.G. et al. *Introducción al procesado pulvimetalúrgico del Ti*. Revista de Metalurgia, **47**(2), 2011, p. 169-187.

[FER 2009] FERNÁNDEZ, P., L.J. CRUZ y J. COLETO: *Procesos de fabricación de metales celulares. Parte II: Vía sólida, deposición de metales, otros procesos*. Revista de Metalurgia, **45**(2), 2009, p. 124-142.

[FOU 1980] FOUST, A.S. et al. *Principles of Unit Operations*. Editorial John Wiley & Sons, New York, 1980, p. 699-715.

[FRE 1968] FREEL, J., W.J.M. PIETERS y R.B. ANDERSON. *The structure of Raney Nickel*. Journal of Catalysis, **14**, 1968, p. 247-256.

[FRO 2004] FROES, F. et al. *The technologies of titanium powder metallurgy*. JOM, The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), **56**, 2004, p. 46-48.

[GAL1] GALLARDO, J.M. *Titanium and its alloys*. Aerospace Materials. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla.

[GAL2] GALLARDO, J.M. *Stainless steels*. Aerospace Materials. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla.

[GAL 2012] GALLARDO, J.M. *Informe relativo a la instrumentación y los ensayos para la determinación de condiciones de gravedad reducida llevados a cabo en la atracción "El desafío" perteneciente al parque temático Isla Mágica de Sevilla*. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Sevilla. AICIA, 2012.

[GAR 2005] GARCÍA, G. *Consolidación mediante S. R. E. de aleaciones base Fe amorfizadas*. Proyecto Fin de Carrera, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 2005.

[GAR 2006] GARROTE, E. *Efecto de la temperatura en la tenacidad de diferentes mezclas bituminosas*. Tesina, Universidad Politécnica de Cataluña, 2006.

[GER 1989] GERMAN, R. *Particle Packing Characteristics*. Metal Powder Industries Federation Publishers, 1989.

[GER 1998] GERMAN, R. *Powder Metallurgy of Iron and Steel*. John Wiley & Sons, USA, 1998.

[GER 2005] GERMAN, R.M. *Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing*. Metal Powder Industry, 2005.

[GIB 1997] GIBSON, L.J. y M.F. ASHBY. *Cellular Solids: Structure and Properties*. 2ª Edición, Cambridge University Press, 1997.

[GIFU] http://www1.gifu-u.ac.jp/~wakailab/research/Pyrometer/3BandEmisCT/mglab_e.html

[GON 2010] GONMING, X. et al. *Reduction of effective thermal conductivity for sintered LHP wicks*. International Journal of Heat and Mass Transfer, **53**, 2010, p. 2932–2934.

[GON 2011] GONG, S., Z. LI y Y.Y. ZHAO. *An extended Mori–Tanaka model for the elastic moduli of porous materials of finite size*. Acta Materialia, **59**, 2011, p. 6820–6830.

[GRA 2009] GRASSO, S., Y. SAKKA y G. MAIZZA. *Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008*. Science and Technology of Advanced Materials : IOP Publishing, 2009, p. 1–24.

[GUS 2010] GUSAROV, A.V. e I. SMUROV. *Modeling the interaction of laser*

radiation with powder bed at selective laser melting. Physics Procedia, **5**, 2010, p. 381–394.

[HEU 2013] HEUSINGER, N. *Electric current activated sintering in microgravity*. Internship report, Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Sevilla, Universidad de Sevilla, 2013.

[HUF 1992] HUFNAGEL, W. y P. COCA. *Manual del aluminio*. Reverte, 1992.

[INTA] <http://www.inta.es/otriDep/2/4/15/contenidos.aspx>

[ISH 1998] ISHIZAKI, K., S. KOMARNENI y M. NANKO. *Porous Materials: Process technology an applications*. Materials Technology Series. Klunwer Academic Publishers, 1998.

[KAN 2004] KANG, S.J.L. *Sintering. Densification, grain growth and microstructure*. Editorial Elsevier Butterworth – Heinemann, 2004.

[KEN 2012] KENNEDY, A. *Porous Metals and Metal Foams Made from Powders*. University of Nottingham, UK, 2012.

[KOE 1989] KOEHLER, P. *Seamless porous metal article and method of making*. U.S. Patent 4.828.930, 1989.

[KOT 2007] KOTAN, G. y A. S. BOR. *Production and Characterization of High Porosity Ti-6Al-4V Foam by Space Holder Technique in Powder Metallurgy*. Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences, **31**(3), 2007, p. 149-156.

[KRI 1996] KRIVIJ, N. *Obtención de polvo de aluminio por atomización*. Revista Metalurgia, **32**(6), 1996, 391-396.

[KUC 1966] KUCHEK, H.A. US Patent 3236 706, 1966.

[LAP 2004] A. Laptev, M. Bram, H. P. Buchkremer, D Stöver: Study of production route for titanium parts combining very high porosity and complex shape, Powder Metallurgy **47** (2004) 85-92.

[LAP 2005] LAPTEV, A. et al. *Green strength of powder compacts provided production of highly porous titanium parts*. Powder Metallurgy, **48**(4), 2005, p. 358, 2005.

[LEN 1980] LENEL, F. *Powder Metallurgy - Principles and Applications*. Metall Powder Industries Federation Publishers, 1980.

[LEO 1997] LEONG, K.C., y C. Y. LIU. *Characterization of Sintered Copper Wicks Used*

in Heat Pipes. Journal of Porous Materials, **4**, 1997, P. 303-308.

[LI 2013] LI, Y. y Z. LU. *Dynamic Analysis of Bungee Jumping*. Final Project Degree, Worcester Polytechnic Institute, 2013.

[MAR 2006] MARÍN, J.L. *Estudio de la resistividad eléctrica en agregados de polvos metálicos*. Proyecto Fin de Carrera, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 2006.

[MCC 1976] MC CABE, W.L. y J.C. SMITH. Unit Operations of Chemical Engineering. Editorial McGraw Hill Co., Nueva York, 1976, p. 803-808 y 818-851.

[MET] Metals Handbook Ninth Edition, vol 7. Powder Metallurgy (ASM International).

[MON] MONTES, J.M. et al. *Sinterización por Resistencia Eléctrica: Una prometedora alternativa al procesamiento pulvimetalúrgico convencional*. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Sevilla, Universidad de Sevilla.

[MON 2006] MONTERO, A. *Sinterización por resistencia eléctrica de polvo de Al-NH₃*. Proyecto Fin de Carrera, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, 2006.

[MOR 2004] MORRAL, F.R., E. JIMENO, P. MOLERA. *Metalurgia General, Tomo II*. Editorial Reverte, 2004.

[MOT 1996] *Porous Metal Products for OEM application* en el libro *Mott Technical Handbook*. Mott Handbook Corporation, 1996.

[MPIF 1980] *Porous Metal Council* en el libro *Porous Metal Design Guidebook*. Metal Powder Industries Federation Publishers, 1980.

[MPIF42] MPIF Standard 42. *Determination of Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Products*

[MPIF63] MPIF Standard 63. *Density Determination of MIM Components* (Gas Pycnometer)

[NAS 2005] NASA Sounding Rocket Program Handbook. Sounding Rockets Program Office, Suborbital & Special Orbital Projects Directorate. Goddard Space Flight Center, 2005.

[NEI 2009] NEIKOV, O.D. et al. *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications*. Elsevier, UK, 2009.

[NEU 1992] NEUMANN, P. et al. *Porous metal products with special properties*. Proceedings of Powder Metal Materials Colloquium, 1992, p. 4.1-4.6.

[NOV] <http://www.novametcorp.com>

[OCW] <http://ocw.uc3m.es>

[ORR 2009] ORRU, R. et al. *Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering*. Dipartimento di Ingegneria Chimica e Materiali & Dipartimento di Energia e Trasporti, Università degli Studi di Cagliari. Materials Science and Engineering R, **63** (4-6), 2009, p. 127-287.

[PAT] PÉREZ-SORIANO, E.M., J.M. GALLARDO y J.M. MONTES. P201300343: Procedimiento de fabricación de material metálico de alta porosidad en condiciones de imponderabilidad.

[PER 2010] PÉREZ-SORIANO, E.M., P. URBAN y J.M. GALLARDO. *Observaciones sobre sinterización por descarga de productos de alta porosidad*. III Congreso Nacional de Pulvimetalurgia. Valencia (España), 2010.

[PER 2011] PÉREZ-SORIANO, E.M. y J.M. GALLARDO. *Low density metallic alloys by electric discharge sintering*. VI International Materials Symposium MATERIAIS 2011 (XV meeting of SPM – Sociedade Portuguesa de Materiais). Guimarães (Portugal), 2011.

[SAV 2004] SAVICH, V. V. et al. *Comparison of porous materials properties made from sponge titanium powders produced by different methods*. Proceedings of 2004 Powder Metallurgy World Congress, 2004, p. 157-162.

[SEI 2001] SEIBERT, G. et al. *A world without gravity*. ESA Publications Division, 2001.

[SEN 2006] SENDRÓS, A. *Estudio de viabilidad de una torre de microgravedad en el campus de Castelldefels*. Treball de fi de carrera. Escola Politècnica Superior de Castelldefels, Universitat Politècnica de Catalunya, 2006.

[SIM 2006] SIMCHI, A., A. ROTA y P. IMGRUND. *An investigation on the sintering behaviour of 316L and 17-4PH stainless steel powders for graded composites*. Materials Science and Engineering A, **424**(1-2), 2006, p. 282-289.

[SRI 2007] SRIVASTAVA, V.C. y K.L. SAHOO. *Processing, stabilization and applications of metallic foams. Art of science*. Materials Science-Poland, **25**(3), 2007.

[TAB 2006] TABAATABAAI, S. M. et al. *Lead-acid batteries with foam grids*. Journal of Power Sources, **158**, 2006, p.879–884.

[TAO 2009] TAO, X.F., L.P. ZHANG y Y.Y. ZHAO. *Al matrix syntactic foam fabricated with bimodal ceramic microspheres*. Materials and Design, **30**, 2009, p. 2732-2736.

[TAO 2012] TAO, X.F. y Y.Y. ZHAO. *Compressive failure of Al matrix syntactic foams manufactured by melt infiltration*. Materials Science and Engineering A, **549**, 2012, p. 228-232.

[TEO 1995] TEODORCZYK, A. y J.H.S. LEE. *Detonation attenuation by foams and wire meshes lining the walls*. Shock Waves, **4**, 1995, p. 225-236.

[TKF]<http://www.tkfortinox.com>

[TOL 2004] TOLOSA, R.A. *Porosity influence on sintered aluminum strength*. Revista Ciencia e Ingeniería, **25**(1), 2004.

[TRA 1969] TRACEY, V.A. *The roll-compaction of metal powders*. Powder Metallurgy, **12**(24), 1969, p. 598-612.

[UPA 2002] UPADHYAYA, G.S. *Powder Metallurgy Technology*. England: Cambridge International Science Publishing, 2002.

[UTP]<http://www.utp.edu.co>

[VAZ] VÁZQUEZ, R. *Estudio y modelado de la sinterización de muestras metálicas*. Proyecto Fin de Carrera, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla.

[VEK 1997] VEKRIS, E. W. *Use of the ZARM Drop Tower Facility to Study Freezing in Undercooled Liquid Metals*. Department of Materials and Metallurgical Engineering. Queen's University, Kingston, Ontario, Canada. Septiembre, 1997.

[VID 2012] VIDA-SIMITI, I. et al. *Sintering of sedimented nickel powder gradual porous structures*. Powder Metallurgy, **55**(2), 2012, p. 154-161.

[WAL 1978] WALDRON, M.B. y B.L. DANIELL. *Sintering*. London: Heyden & Son, 1978.

[WEN 2002] WEN, C.E. et al. *Processing and mechanical properties of autogenous*

titanium implant materials. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, **13**(4), 2002, p. 397-401.

[WIL 1968] WILLIAMS, N. y V. TRACEY. *Porous nickel for alkaline battery and fuel cell electrodes: production by roll compaction*. International Journal Powder Metallurgy, **4**, 1968, p. 47-62.

[XIN 2009] XIN, G. et al. *Development of sintered Ni-Cu wicks for loop heat pipes*. Science in China, Series E: Technological Sciences, **52**(6), 2009, p. 1607-1612.

[XUE 2011] XUE, X. y Y. ZHAO. *Ti matrix syntactic foam fabricated by powder metallurgy: particle breakage and elastic modulus*. JoM, **63**, 2011, p. 43-47.

[YOU 2010] BELMABKHOUT, Y., R. SERNA-GUERRERO y A. SAFARI. *Adsorption of CO₂-Containing Gas Mixtures over Amine-Bearing Pore-Expanded MCM-41 Silica: Application for Gas Purification*. Industrial Engineering Chemistry Research, **49**, 2010, p. 359-365.

[ZAR 2011] ZARM Drop Tower Bremen User Manual. Drop Tower Operation and Service Company, ZARM FABmbH, 2011.

[ZHA 2001] ZHAO, Y.Y. y D.X. SUN. *A novel sintering-dissolution process for manufacturing Al foams*. ScriptaMaterialia, **44**, 2001, p. 105-110.

[ZHA 2003] ZHAO, Y.Y. *Stochasticmodelling of removability of NaCl in sintering and dissolution process to produce Al foams*. Journal of Porous Materials, **10**, 2003, p. 105-111.

[ZHA 2005] ZHAO, Y.Y. et al. *Lost carbonate sintering process for manufacturing metal foams*. ScriptaMaterialia, **52**, 2005, p. 295-298.

[ZHA 2007] ZHANG, L.P. y Y.Y. ZHAO. *Mechanical response of Al matrix syntactic foams produced by pressure infiltration casting*. Journal of Composite Materials, **41**, 2007, p. 2105-2117.

[ZHA 2008] ZHANG, L.P. y Y.Y. ZHAO. *Fabrication of high melting-point porous metals by lost carbonate sintering process via decomposition route*. Journal of Engineering Manufacture, **222**, 2008, p. 267-271.

[ZHA 2013] ZHAO, Y.Y. *Porous Metallic Materials Produced by P/M Methods*. Journal of Powder Metallurgy and Mining, **2**(3), 2013.

[ZIP 2011] ZIPPERIAN, D.C. *Metallographic handbook*. Tucson: Pace Technologies,

2011.

4. MATERIALES

La fabricación va a estar basada en polvos de los siguientes metales: aluminio, titanio, níquel y acero inoxidable. En primer lugar, se hará una descripción de los polvos metálicos empleados, incluyendo las características y los valores determinados para la sinterización, es decir temperatura y tiempo.

La temperatura de sinterización, junto con el tiempo, son los principales factores que determinan las características de las probetas fabricadas. Debido a ello, es de vital importancia seleccionar un rango de temperaturas de ensayo adecuado para lograr probetas que posean las propiedades deseadas.

La mínima temperatura de sinterización debe ser aquella que garantice una resistencia mecánica adecuada para la aplicación final del material, con una porosidad máxima. Por otra parte, la máxima temperatura de sinterización debe ser ligeramente inferior a la temperatura de fusión del material, ya que se entiende por sinterización al tratamiento térmico que se realiza a una temperatura inferior a la de fusión del polvo. Es muy importante que dicho rango de temperaturas de sinterización seleccionado sea tal que la porosidad interconectada obtenida, cualidad deseada, sea máxima.

4.1. Acero inoxidable

El acero inoxidable sinterizado viene usándose desde los años 50 en industrias tan diversas como: automoción, eléctrica, electrónica, biomedicina... El acero inoxidable también está presente en la vida diaria, como por ejemplo en relojes, lavavajillas, cañas de pescar, abrelatas, monedas, etc.

Los aceros inoxidables se constituyen como aleaciones de hierro con cantidades superiores al 11,5% de cromo, además de otros materiales como níquel, nitrógeno,

molibdeno,...

Existen diferentes clases de aceros inoxidable, según los elementos que le añadan al acero para obtener diferentes propiedades, siendo éstos:

- Ferríticos, los cuales son baratos y resistentes a cloruros
- Martensíticos, fuertes y resistentes a cloruros
- Austeníticos, dúctiles y con una gran variedad de aplicaciones
- Dúplex, que son fuertes, dúctiles y resistentes a cloruros
- PH's, que se obtienen por un proceso de endurecimiento por precipitación, de ahí su nombre, *Precipitation Hardening*. Son muy fuertes.

Se clasifican según una designación específica. El acero inoxidable 316L pertenece a los aceros inoxidables austeníticos, a los que se les añade níquel, carbono, manganeso y nitrógeno para estabilizar la fase de austenita. Los aceros inoxidables austeníticos se utilizan en la industria por su excelente resistencia a la corrosión y características mecánicas.

El sufijo L, indica que al acero inoxidable utilizado en los ensayos se le añade menor cantidad de carbono para reducir la sensibilización del acero. La sensibilización se define como la susceptibilidad a corrosión intergranular en ácidos dando como resultado la precipitación de carburos de cromo en el límite de grano, provocando que esas áreas sean menos resistentes a la corrosión. Este fenómeno sucede cuando se calienta el acero en un rango de temperatura entre 540°C y 815°C.

La serie AISI 300 presenta en general buena resistencia a la corrosión, siendo esta propiedad la principal razón de su uso. Se añade molibdeno para aumentar la resistencia a la corrosión, aunque seguirá afectándose en ambientes que contengan cloruros. El bajo contenido en carbono de la aleación 316L favorece también la resistencia a la corrosión en estructuras soldadas [ASM]. También presenta excelentes propiedades criogénicas y buen comportamiento a temperatura.

Los LHP's van a ser utilizados en satélites, donde serán expuestos a condiciones extremas, por eso parece a priori una buena elección esta aleación para la fabricación de las mechas. Otra ventaja importante a la hora de la elección es que este material es más barato que otras aleaciones utilizadas donde se requiera resistencia a la corrosión bastante alta, tales como aleaciones cobalto-cromo, titanio puro, o aleaciones de titanio.



Figura 4-1. Lata de polvo de acero inoxidable 316L

Se trabajará con una aleación 316L de la empresa suministradora SCM METAL PRODUCTS INC.

d(0.1): 19.555 um

d(0.5): 55.176 um

d(0.9): 128.365 um

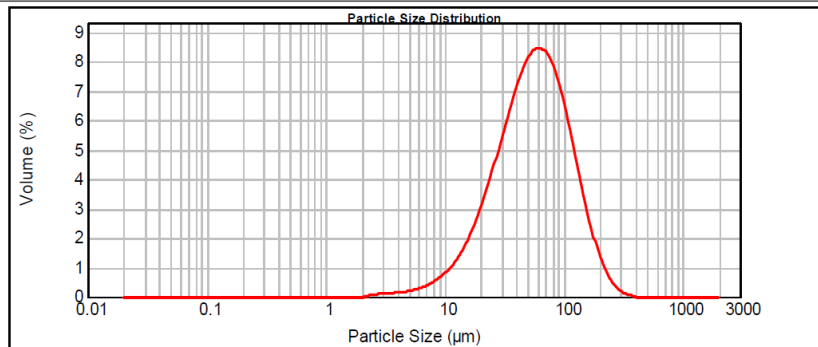


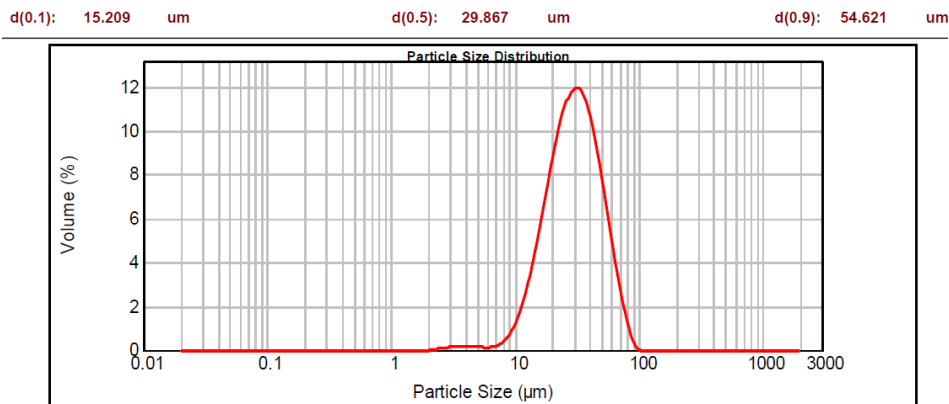
Figura 4-2. Distribución granulométrica del SS316L

Se procede a un tamizado del polvo origen para conseguir distintos rangos de tamaño utilizando varios tamices (*mesh* 140, 200 y 400). Cuando se presenten los resultados, éstos se presentarán en función del tamaño medio de partícula.

Por ejemplo, el rango de finos, con partículas que atraviesan el tamiz ASTM 400 (SS400, <37μm).

Tabla 4-1. Distribución del tamaño medio de partícula tras el tamizado del polvo

Nomenclatura	d_{50} (μm)
SS400	29,74
SS (en estado de recepción)	55,18
SS200-400	66,99
SS140-200	114,01
SS140	162,81

**Figura 4-3.** Distribución granulométrica del SS400

Se comprueba, a la vista de los distintos resultados, que la mitad de las partículas tienen un tamaño inferior a las $30\mu\text{m}$. Sin embargo, un porcentaje aproximado de entre el 30 y el 40% del volumen de partículas, ha atravesado el tamiz a pesar de tener unas dimensiones mayores que las que supuestamente debería dejar pasar. Esto es debido probablemente a la forma de las partículas. Puede apreciarse en las imágenes de SEM de la figura 4-4, que la morfología de los polvos no es esferoidal. Se trata de partículas con formas irregulares, por lo que en ciertas direcciones su tamaño puede ser menor y podrían atravesar el tamiz. Además, se observa en las fotografías que las partículas no se pegan demasiado unas a otras, de lo que se extrae la poca cohesión de los polvos y su buena fluidez.

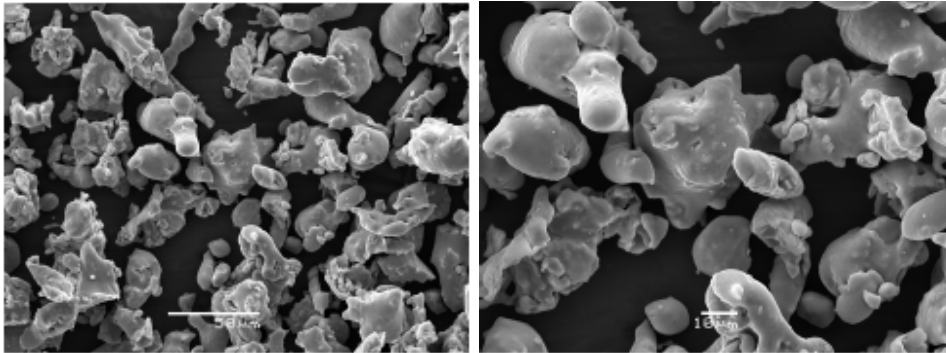


Figura 4-4. Morfología de los polvos de SS400, obtenida mediante SEM

A continuación se muestra tanto la composición y como algunas de sus propiedades [TKF]:

Tabla 4-2. Propiedades del acero inoxidable 316L

Composición química (%)							
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
≤0,03	≤1,00	≤2,00	≤0,045	≤0,015	16,50-18,50	2,00-2,50	10,00-13,00
Propiedades mecánicas (valores mínimos en MPa a 20°C)							
Límite de fluencia		Resistencia a la rotura		Resistencia a la tracción		Elongación	
255		285		550		45	
Otras propiedades de interés							
Densidad teórica				Temperatura de fusión			
7,96g/cm³				1398°C			

La temperatura de sinterización elegida para el SS316L fue fijada en 1000 y 1300°C, así como el tiempo de sinterización en 120 minutos [SIM 2006].

4.2. Aluminio

Es el tercer elemento más común encontrado en la corteza terrestre, los compuestos de aluminio forman el 8% de la corteza de la tierra. A partir del año 1889, el aluminio pudo ser extraído mediante el proceso Bayer según el principio ideado

por Hall y Heroult, fue entonces cuando la producción del aluminio se incrementó vertiginosamente [HUF 1992]. La utilización industrial del aluminio ha hecho de este metal uno de los más importantes, tanto en cantidad como en variedad de usos, siendo hoy un material increíblemente polivalente que se aplica en ámbitos económicos muy diversos. Actualmente se utilizan dos mil toneladas anuales de polvo de aluminio solamente en pulvimetalurgia, el 1% del total del polvo; en su mayor parte, se destina a la industria química.

Se entiende como polvo de aluminio, en general, el aluminio en forma de láminas o escamas muy finas, así como polvo de aluminio atomizado. La fabricación de dichos polvos de aluminio se realiza según diversos procesos:

- Centrifugación: se centrifuga un caldo a través de paredes agujereadas mientras el recipiente gira, con eje vertical, o por encima del borde de un disco giratorio.
- Atomización: impulsión a través de una tobera o pulverización de aluminio líquido con gas a presión (aire, nitrógeno o argón).
- Machacado: se desmenuzan los recortes de láminas con machacas de acero, impidiéndose la soldadura de las partículas mediante la adición de lubricante.
- Molido en molinos de bolas: consiste en una molienda en seco del material de partida, en atmósfera de gas protector. Previamente el material se somete previamente a un fuerte desmenuzado, con vistas a una mayor trituración [HUF 1992].

Una ventaja importante para el uso del aluminio es su bajo coste, comparado con el resto de materiales que se van a utilizar. Además, el aluminio es muy ligero y presenta una resistencia a la corrosión muy alta, debido a la capa de alúmina que se forma por toda la superficie del material. Ahora bien, dicha capa dificulta el proceso de difusión y sinterización entre partículas [KRI 1996]. Si se lograra fabricar mechas con este material, el coste de fabricación de los LHP's se reduciría muchísimo, con lo cual, se está apostando fuerte en poder conseguir un proceso de fabricación con garantías.

El aluminio empleado ha sido suministrado por la empresa *ECKA Granules Metal-Powder-Technologies*; se trata de un aluminio puro (impurezas < 0,3%) y sin alea. A continuación se muestra la composición del aluminio empleado en el trabajo y algunas de sus propiedades:

Tabla 4-3. Propiedades del aluminio

Composición química (%)					
Si	Fe	Zn	Cu	Ti	Otros
≤0,25	≤0,35	≤0,05	≤0,02	≤0,02	≤0,03
Otras propiedades de interés					
Densidad teórica			Temperatura de fusión		
2,7g/cm ³			660°C		
Estructura cristalina			Cúbica centrada en las caras		
Rigidez			70MPa		
Resistencia			80MPa		
Calor específico			900 J/(kg·K)		
<Conductividad térmica			273 W/(m·K)		
Coeficiente de dilatación			23·10 ⁻⁶ [20–100°C] (°C) ⁻¹		

En la figura 4-5 se muestran los resultados de granulometría obtenidos en el Mastersizer 2000 de los polvos de Al (A)E.R. sin tamizar.

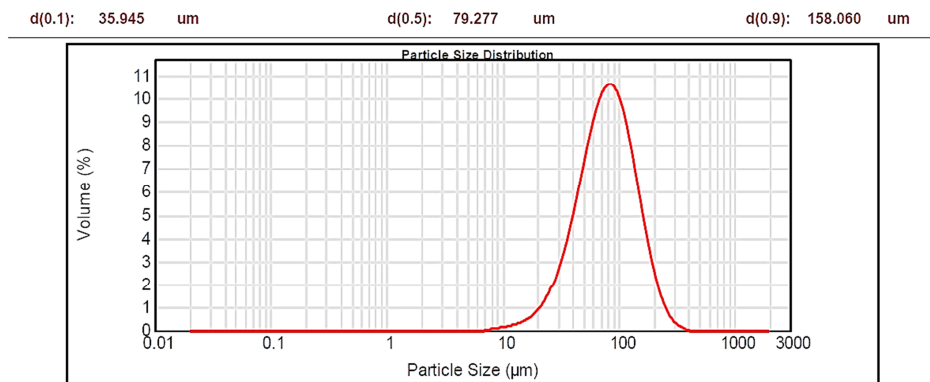


Figura 4-5. Granulometría del aluminio

Se puede apreciar cómo el tamaño de las partículas varía desde las 36 hasta las 158 μm aproximadamente, con un d₅₀ de unas 79 μm. Una vez se realice el tamizado, se obtendrá una división.

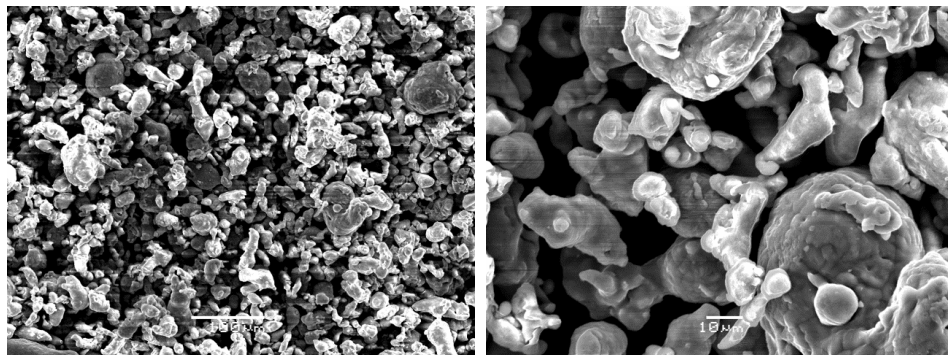


Figura 4-6. Imágenes SEM del aluminio a x200 y x1000

Las imágenes de microscopía electrónica muestran un polvo con no tan buena fluidez como el acero inoxidable, pero con valores más que aceptables.

Los parámetros de partida que se fijaron para realizar el *Loose Sintering* con el aluminio fueron los siguientes: temperatura de sinterización entre 600 y 650°C y tiempo de sinterización de 60 minutos [ACA 2010].

4.3. Níquel

El níquel en forma de polvo empezó a usarse a finales del siglo XIX, cuando se descubrió una de las tres posibles formas de obtención, polvo de carbonilo de níquel. En general, los materiales sinterizados basados en níquel poseen propiedades tales como buena resistencia a la corrosión, al degaste, resistencia mecánica a baja y alta temperatura, expansión térmica, conductividad eléctrica y permeabilidad magnética [MET].

En cuanto a materiales porosos basados en níquel, pueden encontrarse en ciertas baterías recargables, células de combustible o diversos elementos de filtrado. El níquel es uno de los materiales más habituales en la construcción de mechas debido a su baja conductividad térmica, su alta capacidad para sinterizar con porosidad alta y tamaño fino de poro, por su coste medio y alta disponibilidad en diferentes granulometrías [SIN 2013].



Figura 4-7. Lata de polvo de níquel 210

En este caso, el polvo metálico empleado para gruesos son los denominados Ni4SP y Ni255. De todos los tipos de níquel disponibles en laboratorio, el utilizado para finos es el que se denomina: Nickel Powder Type 210. La empresa suministradora de este polvo es NOVAMET. Las hojas de especificaciones de ambos materiales muestran un contenido en níquel puro por encima del 99,6%.

Tabla 4-4. Tamaño medio de partícula de los polvos de partida del níquel

Nomenclatura	d ₅₀ (μm)
Ni2100	6,52
Ni4SP	17,11
Ni255	18,20

A continuación se muestran algunas de las propiedades del polvo [NOV]:

Tabla 4-5. Propiedades del níquel

Ni 210			
Composición química (%)			
C	Fe	O	S
≤1,00	≤0,01	≤1,00	≤0,001
Propiedades de interés			
Densidad teórica		Temperatura de fusión	
8,907g/cm ³		1453°C	

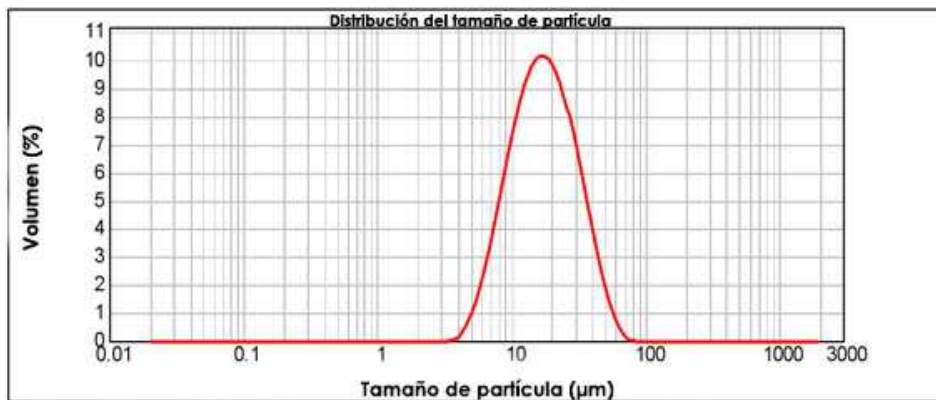


Figura 4-8. Distribución del tamaño de partícula del Ni4SP

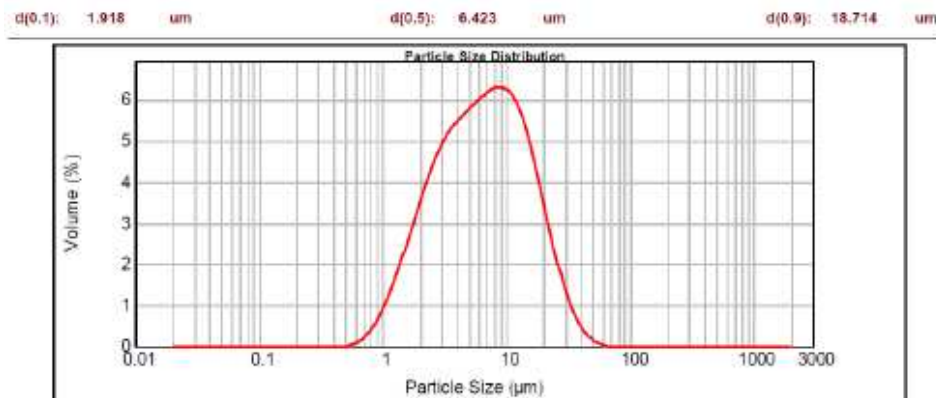


Figura 4-9. Distribución del tamaño de partícula del Ni210

En este caso, los polvos de níquel no son óptimos para el análisis granulométrico, ya que, como se puede apreciar en las siguientes figuras, tienen una gran cohesión lineal entre sus pequeñas partículas, llegando a formar estructuras bastante filamentosas. A pesar de ser partículas del orden de una micra, se forman estructuras filiformes muy enrevesadas. El análisis de la granulometría no será muy acertado, ya que no se detectan partículas individuales, sino conglomerados de partículas.

Una propiedad importante a tener en cuenta, ha sido la toxicidad del níquel, por lo que siempre se han empleado guantes en el manejo de este material.

Añadido a esto, hay que destacar que la manipulación de estos polvos en el laboratorio no fue cómoda, debido a la alta cohesión y la muy baja densidad de los polvos. Aunque los tubos de alúmina se llenaban completamente con polvos, tras la sinterización, las probetas resultantes eran muy pequeñas, ocupando tan sólo un pequeño porcentaje del volumen del tubo de alúmina.

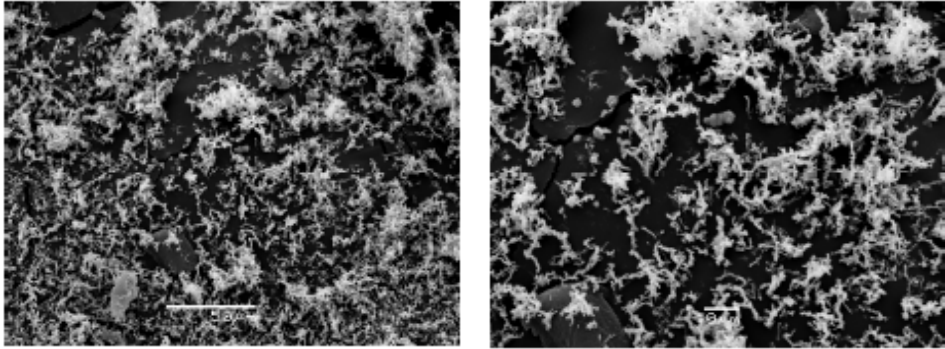


Figura 4-10. Morfología de los polvos de Ni210, obtenida mediante SEM

Por último, la temperatura de sinterización en este caso ha sido fijada en 950 o 1000°C durante 20 minutos. Estos parámetros de sinterización vienen determinados por documentación extraída de la bibliografía [MIS 2010, VID 2012, REI 1999].

4.4. Titanio

El titanio se empezó a utilizar en la década de los 50-60 por los soviéticos, que lo emplearon en usos militares durante la guerra fría. Tanto la Unión Soviética como los Estados Unidos entendieron la importancia estratégica del metal y fue a partir de entonces donde empezaron a desarrollarse métodos para poder producirlo industrialmente y poder utilizarlo en aplicaciones fuera del uso militar.

La alta reactividad del titanio hace que nunca se presente en estado elemental en la naturaleza, sino que se encuentre en forma de óxidos, principalmente el rutilo y la ilmenita, que son las menas de las que parte el proceso de extracción del titanio elemental. La elevada estabilidad de los óxidos de titanio limita las alternativas para reducir el mismo, por lo que, actualmente, el proceso Kroll es el proceso preferido para extraer titanio, a pesar de su alto coste económico. El titanio elemental obtenido por este proceso es poroso y con apariencia de esponja, por lo

que se le denomina *titanio esponja* [EST 2011].

Uno de los principales retos de la industria pulvimetalúrgica del titanio es conseguir polvo económico y apto para ser procesado por sus distintas técnicas. Además, los polvos deben poseer una calidad constante, ya que pequeñas variaciones en la composición o morfología pueden influir notablemente en el procesamiento del material y en las propiedades finales de los materiales sinterizados.

En función del proceso de fabricación, los polvos de titanio se clasifican en:

- Partículas de titanio esponja: partículas irregulares, por lo que son aptas para su prensado en frío. Generalmente, contienen sales residuales; la densificación del material no se completa.
- Polvo hidrurado - dehidrurado o HDH: morfología irregular o angular que tiene menor contenido de impurezas que el polvo esponja.
- Polvo atomizado en gas: puede ser titanio puro o aleado, tiene morfología esférica y se obtiene mediante atomización de titanio fundido en un gas noble. Este polvo es apto para moldeado por inyección y para el prensado isostático en caliente.
- Polvos electrolíticos: en fase de desarrollo en plantas piloto, permite diseñar polvos de titanio puro y prealeados, con composiciones que no son posibles mediante las demás técnicas, como es la introducción de elementos de aleación de alto punto de fusión o densidad mucho mayor al titanio [EST 2011].

Las principales cualidades de este material son que tiene una alta resistencia a la corrosión y una gran resistencia mecánica. La excelente resistencia a la corrosión se debe a la formación espontánea de una capa protectora de TiO_2 . Posee un bajo coeficiente de dilatación lineal, siendo éste equivalente a $8,4 \cdot 10^{-6} (^{\circ}\text{C}^{-1})$. Tiene un elevado punto de fusión (1670°C), así como punto de ebullición (3260°C). También presenta un alto módulo de elasticidad, 107GPa. No es un buen conductor de la electricidad. Si se considera al cobre con una conductividad eléctrica del 100%, el titanio tendría un 3,1%. La resistencia eléctrica se define como la oposición que presenta un material al flujo de electrones por su estructura, con lo cual, al considerarse al titanio un pobre conductor, le convierte en un gran resistente al paso de electrones.

Comparado con el acero inoxidable, material con el que compite en aplicaciones técnicas, el titanio es mucho más ligero ($4,5$ frente a $7,96\text{g/cm}^3$). Pero resulta el titanio un material muchísimo más costoso, lo que limita su uso en aplicaciones

industriales. Actualmente, el mercado del titanio está dominado por la industria aeronáutica/aeroespacial, que es la principal consumidora del titanio y que demanda la mitad del titanio que se produce.

Para el desarrollo de este trabajo se dispone de polvo de titanio perteneciente a la empresa SE-JONG MATERIALS CO LTD. Ese polvo se separa en distintas fracciones como polvo de gruesos y de finos. Los gruesos corresponden a polvo de titanio cuyo diámetro de partícula es mayor de $62\mu\text{m}$ (diámetro medio $129,19\mu\text{m}$). El que se emplea como finos, se puede identificar como Ti-325mesh, cuyas partículas son menores a $44\mu\text{m}$. Dicha identificación viene determinada por el tamaño del tamiz que se usa para separar polvos cuyo diámetro es mayor de $44\mu\text{m}$ (diámetro medio $21,65\mu\text{m}$).

En ambos casos se trabaja con polvos de titanio puro sin alear. A continuación se muestra la composición del polvo de titanio utilizado, así como otras propiedades, extraído de la hoja de especificaciones proporcionada por la empresa:

Tabla 4-6. Propiedades del titanio

Composición química (%)					
Fe	Mg	Si	Mn	O	N
0,038	0,003	0,035	0,0005	$\leq 0,45$	$\leq 0,08$
Otras propiedades de interés					
Densidad teórica			Temperatura de fusión		
$4,50\text{g/cm}^3$			1668°C		
Estructura cristalina			Hexagonal compacta		
Rigidez			$140\text{-}250$ (recocido) MPa		
Resistencia			$230\text{-}460$ (recocido) MPa		
Calor específico			$520\text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$		
Conductividad térmica			$21,9\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$		
Coeficiente de dilatación			$8,6\cdot 10^{-6}\text{ }(^{\circ}\text{C})^{-1}$		

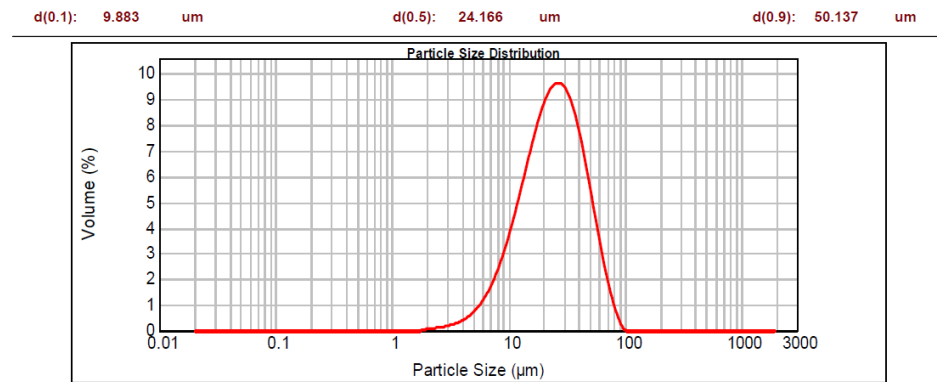


Figura 4-11. Distribución granulométrica del Ti-325mesh

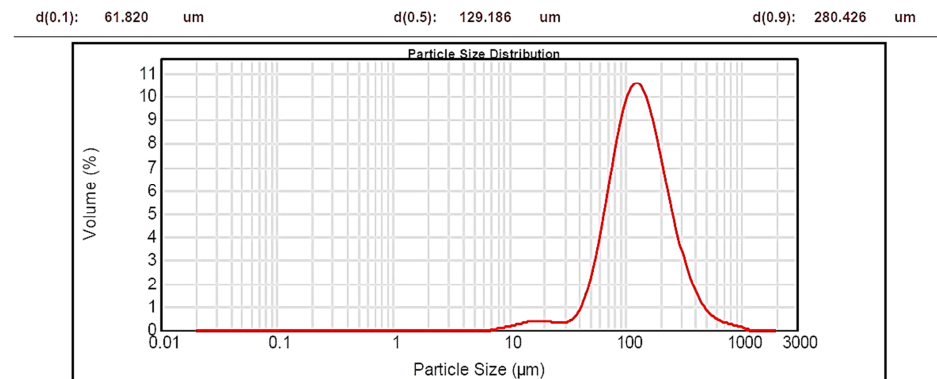


Figura 4-12. Distribución del tamaño de partícula del titanio mayor de 62μm

Se decide realizar una mezcla, la cual contiene 100g de gruesos con 5g de finos. En la figura 4-13 se recoge su estudio granulométrico.

En este caso, se aprecia una pequeña desviación en la parte baja de la campana de Gauss obtenida: esta desviación la provoca la adición del porcentaje de finos. Comparando los datos con los de los polvos gruesos, que representan el mayor porcentaje de la mezcla, se aprecia cómo se ha producido una disminución tanto en los límites de distribución de partículas como en el d_{50} . Como se puede observar en las imágenes tomadas por SEM, la morfología de las partículas es irregular, con muchos salientes y arrugas. A su vez es posible observar que hay pequeñas partículas agrupadas, unidas a su vez a algunas de mayor tamaño.

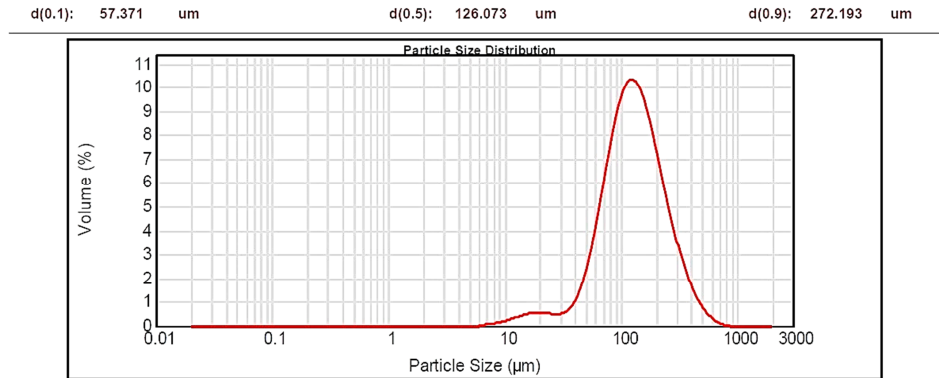


Figura 4-13. Distribución del tamaño de partícula del titanio mezcla

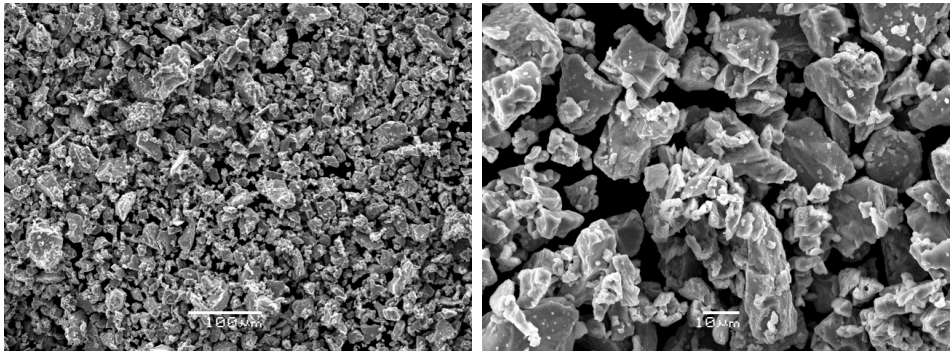


Figura 4-14. Morfología de los polvos de Ti, obtenida mediante SEM

Por último hablar de la temperatura de sinterización, en el caso del titanio, las temperaturas empleadas debían ser inferiores a 1660°C. Se consideraron pues varias temperaturas, 850, 950, 1100 y 1200°C durante 60 minutos [ESE 2009].

4.5. Espaciadores

4.5.1. ACP (cera en polvo)

Se ha empleado cera orgánica en polvo (etilen bis-estearoil-amida), C microwax de la casa alemana CLARIANT. El objetivo de la cera en el presente estudio es actuar

como espaciador para poder conseguir en las muestras una porosidad del 70%, como se comentó anteriormente. Las características principales de la cera orgánica se indican en la siguiente tabla; son datos proporcionados por el fabricante.

Tabla 4-7. Características de la cera orgánica

Densidad a 20°C	1g/cm ³
Densidad aparente	0,3g/cm ³
Tamaño máximo	40µm
Tamaño medio	15µm
Composición química	H ₃₅ C ₁₇ CONHC ₂ H ₄ NHCOC ₁₇ H ₃₅
Comportamiento termogravimétrico	100% a 500°C

La cera se utiliza en estado de recepción, es decir, no es necesario realizarle ningún paso previo al uso, tan solo se caracterizará mediante granulometría para estudiar el tamaño de partícula de esta cera.

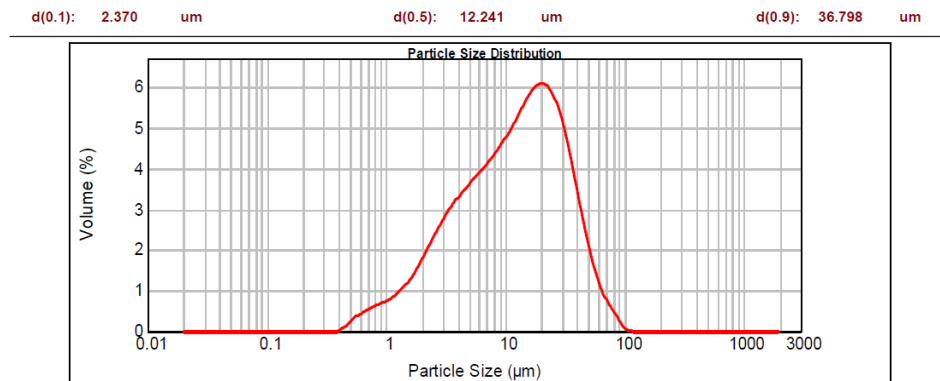


Figura 4-15. Granulometría de la cera ACP en estado de recepción

Como se puede observar en la anterior figura, el d_{50} de esta ACP es de 12,241µm, tamaño suficientemente pequeño para ser válida su aplicación como espaciador.

4.5.2. Sal común (NaCl)

Se ha empleado cloruro sódico (NaCl) suministrado por PANREAC QUIMICA SAU, sus propiedades físicas, pureza y elementos traza que presenta están recogidos en las siguientes tablas.

Tabla 4-8. Composición (en %) de la sal empleada

Pureza NaCl	Límites máximos de impurezas	
>99,5 %	Insolubilidad en H ₂ O	0,005
	Pérdida por desecación a 105°C	0,2
	N	0,001
	Br	0,01
	NO ₃	0,003
	Fe(CN) ₃	0,0001
	PO ₄	0,0005
	SO ₄	0,001
	P	0,002
	Metales pesados	0,0005

Tabla 4-9. Propiedades físicas del NaCl

Solubilidad en agua	Densidad (g/cm ³)	Punto de fusión (°C)	Punto de ebullición (°C)
36,0g por 100ml de agua	2,17	804	1413

El estudio granulométrico para poder determinar el tamaño de partícula de la sal se hizo con el granulómetro *Malvern Mastersizer 2000*:

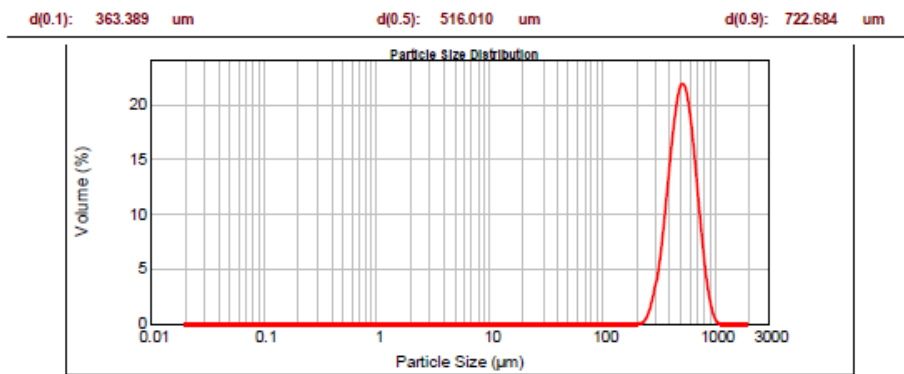


Figura 4-16. Granulometría del NaCl en estado de recepción

Como se puede observar en la anterior figura, el tamaño de partícula del NaCl, d_{50} de 516μm, es demasiado grande. Por dicho motivo, se llevó a cabo una molienda de la sal para reducir el tamaño de partícula y así, poder utilizarla como espaciador.

Esta molienda se llevó a cabo en la túrbula, en proporción 5:1 de bolas de molienda frente a sal. El objetivo del proceso de molienda es obtener un tamaño medio de partículas de $20\mu\text{m}$.



Figura 4-17. Bolas de acero inoxidable utilizadas para la molienda de sal

Todos los procesos se realizan dentro un recipiente de plástico y con bolas de acero inoxidable (figura 4-17). La primera molienda se dejó un tiempo de una hora, obteniéndose los siguientes resultados granulométricos:

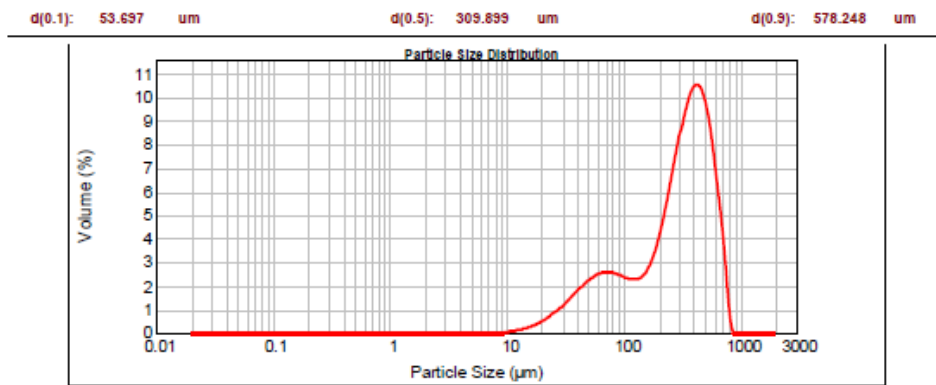


Figura 4-18. Granulometría del NaCl tras 1h de molienda

Como se puede observar en la figura 4-18, el tamaño de partícula ($d_{50} = 309,899\mu\text{m}$) aún sigue siendo muy elevado. Se acuerda dejar la molienda 45 minutos más y esperar resultados.

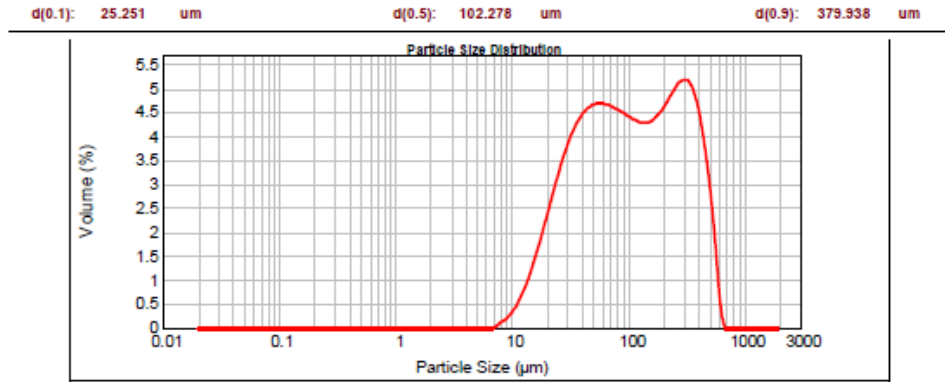


Figura 4-19. Granulometría del NaCl tras 1h y 45' de molienda

El problema del tamaño persiste, sigue siendo demasiado grande ($d_{50} = 102,276\mu\text{m}$). Por recomendación de los técnicos de laboratorio para poder alcanzar un tamaño de partícula válido para su uso como espaciador, el tiempo de molienda aumenta hasta las 6 horas.

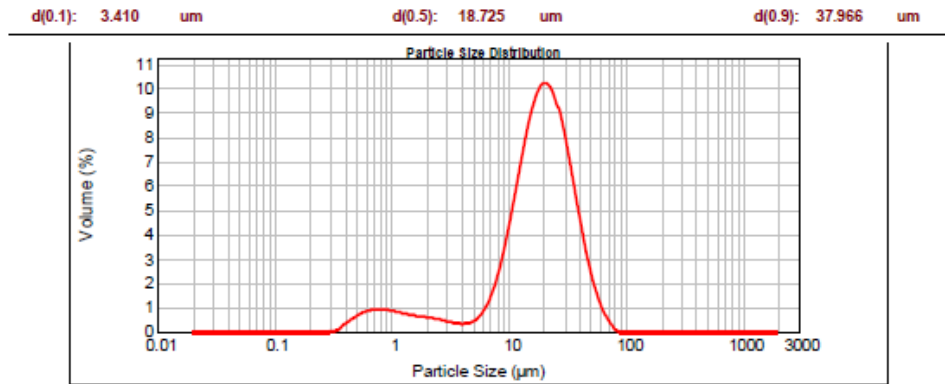


Figura 4-20. Granulometría del NaCl tras 6h de molienda

Como se puede observar en la figura 4-20, tras la última molienda, el tamaño de partícula que ha alcanzado la sal ($d_{50} = 18,725\mu\text{m}$) es ya lo suficiente pequeño para poder utilizarla como espaciador.

Pero al repetir la experiencia en otra época del año, ocurrió lo siguiente en una molienda incompleta que hubo que parar tras 5 horas:



Figura 4-21. Molienda defectuosa de sal

El resultado fueron bolas de sal apelmazadas, como se puede observar en la figura 4-21. Dicho resultado pudo deberse a una humedad excesiva ambiental, lo que produjo en lugar de una disgregación de las partículas, una aglomeración. Así, que se cambió el procedimiento:

- Moler durante 6 horas con la misma proporción, obteniéndose sal apelmazada pero de menor tamaño.
- Moler la sal a mano en primer lugar con un molinillo de café, obteniéndose el mismo resultado.
- Meter la sal durante 1 hora en la mufla a 100°C para eliminar la humedad, obteniendo el mismo resultado.
- Moler la sal durante 1 hora en la *Thermomix* previo a molerla en la túbula, obteniéndose el mismo resultado.
- Aumentar la proporción de bolas 7:1, obteniendo lo mismo.
- Aumentar la proporción de bolas 10:1 durante 6 y 7 horas, obteniéndose el mismo resultado.

Tras numerosas pruebas con mayor número de horas, otros molinos (*Thermomix*, molino de café...), pasando por la mufla, etc., siempre seguía obteniéndose el

mismo resultado, bolas apelmazadas de mayor o menor tamaño.

Finalmente, se lograron los resultados deseados con los siguientes parámetros, fuera cual fuera la humedad ambiental. Para obtener un diámetro medio de la sal de 18 micras, los parámetros marcados fueron:

- proporción de bolas de acero y sal 10:1
- duración de la molienda 8 horas

4.5.3. Fibra de carbono

El último material empleado como espaciador, es la fibra de carbono. Esta fibra es proporcionada por el fabricante *Hexcel Corporation*.

La forma de suministro del material es en un rollo de tejido, estando éste protegido por un film adhesivo de polietileno que evita que el material quede adherido. Dicho film lo protege frente al desgaste hasta el momento necesario de su uso. En la siguiente figura se puede observar el citado rollo de tejido de fibra de carbono.



Figura 4-22. Rollo de tejido de fibra de carbono en estado de recepción

Las características de estas fibras de carbono vienen recogidas en la siguiente tabla:

Tabla 4-10. Características de la fibra de carbono

Designación	AS4,3K
Fabricante	Hexcel Carbon Fibers (USA)
Configuración	Fibra de grafito, 3000 filamentos
Densidad	$1,78 \pm 0,05 \text{g/cm}^3$
Longitud por unidad de peso	$4,67 \pm 0,23 \text{m/g}$
Resistencia a tracción	3100MPa mínimo
Módulo elástico a tracción	220 – 240GPa
Alargamiento a rotura	1,28% mínimo

Como es obvio, la fibra de carbono en estado de recepción no se puede utilizar directamente como espaciador, debido a que la finalidad del presente proyecto es crear una porosidad lo más pequeña posible. Por tanto, deben llevarse a cabo sobre esta fibra una relación de operaciones para reducir su tamaño.

El primer paso es cortar las fibras lo más pequeño posible con la ayuda de unas tijeras. Los trozos de fibra siguen siendo demasiado grandes, por lo que se acordó moler esos trozos de fibra de carbono en un mortero de ágata hasta conseguir que el tamaño de esas fibras fuera adecuado para utilizarlas como espaciador.

Una vez finalizado, se llevó a cabo un estudio granulométrico para poder determinar el tamaño de las fibras de carbono molidas, también con el granulómetro *Malvern Mastersizer 2000*:

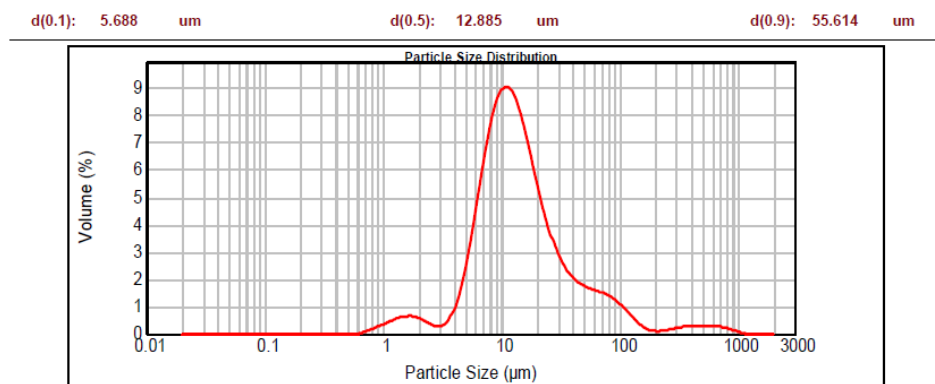


Figura 4-23. Granulometría de la fibra de carbono tras la molienda

Pero debido a la gran cantidad de espaciador a utilizar y el tiempo de proceso de la

misma, se opta por obtener el espaciador de forma automática. Para ello se realizaron los siguientes ensayos:

- Molienda con la túrbula al igual que con la sal, con una proporción de 5:1 durante 5 horas, obteniéndose fibra de carbono apelmazada.
- Molienda con la túrbula al igual que con la sal, con una proporción de 5:1 durante 8 horas, obteniéndose fibra de carbono apelmazada.
- Molienda con la túrbula al igual que con la sal, con una proporción de 10:1 durante 5 horas, obteniéndose fibra de carbono apelmazada.

Tras el fracaso de dichos ensayos, se deciden realizar los mismos pero utilizando además un aglomerante, cera en una proporción en peso del 5%, obteniendo nuevamente en cada uno de ellos fibra de carbono apelmazada.

Se decide finalmente comprar la fibra de carbono en el mercado a la empresa EasyComposite con las siguientes propiedades:

- diámetro de la fibra $7,5\mu\text{m}$
- longitud de la fibra $100\mu\text{m}$
- densidad de los polvos: 1800kg/m^3



Figura 4-24. Fibra de carbono de la empresa Easy composites

4.6. Referencias

[ACA 2010] ACAR, L. y H.Ö. GÜLSOY. *Sintering parameters and mechanical properties of injection moulded aluminium powder*. Powder Metallurgy, **54**(3), 2010, p. 427-431.

[ASM] ASM Handbook, vol 7. Powder Metal Technology and applications (ASM International).

[ESE 2009] ESEN, Z., E.T. BOR y S. BOR. *Characterization of loose sintered porous titanium and Ti6Al4V alloy*. Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences. **33**, 2009, p. 207-219.

[EST 2011] ESTEBAN, P.G. et al. *Introducción al procesamiento pulvimetalúrgico del Ti*. Revista de Metalurgia, **47**(2), 2011, p. 169-187.

[HUF 1992] HUFNAGEL, W. y P. COCA. *Manual del aluminio*. Reverte, 1992.

[KRI 1996] KRIVIJ, N. *Obtención de polvo de aluminio por atomización*. Revista Metalurgia, **32**(6), 1996, 391-396.

[MET] Metals Handbook Ninth Edition, vol 7. Powder Metallurgy (ASM International).

[MIS 2010] MISHRA, D.K. et al. *Studies on the processing of nickel base porous wicks for capillary pumped loop for thermal management of spacecrafts*. Advanced Powder Technology, **21**(6), 2010, p. 658-662.

[NOV] <http://www.novametcorp.com>

[REI 1999] REIMBRECHT, E.G., M.C. FREDEL y E. BAZZO. *Manufacturing and microstructural characterization of sintered nickel wicks for capillary pumps*. Materials Research, **2**(3), 1999, p. 225-229.

[SIM 2006] SIMCHI, A., A. ROTA y P. IMGRUND. *An investigation on the sintering behaviour of 316L and 17-4PH stainless steel powders for graded composites*. Materials Science and Engineering A, **424**(1-2), 2006, p. 282-289.

[SIN 2013] SINGH, R., T. NGUYEN y M. MOCHIZUKI. *Capillary evaporator development and qualification for loop heat pipes*. Applied Thermal Engineering, **63**(1), 2014, p. 406-418.

[TKF] <http://www.tkfortinox.com>

[VID 2012] VIDA-SIMITI, I. et al. *Sintering of sedimented nickel powder gradual porous structures*. Powder Metallurgy, **55**(2), 2012, p. 154-161.

5. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las técnicas experimentales que a continuación se detallan son relevantes, ya que el proceso de fabricación condiciona en gran medida las propiedades de los compactos, debido a que determinan la composición y estructura final de los mismos.

Durante el desarrollo de esta investigación, el procedimiento empleado en las diferentes fabricaciones y para los distintos tipos de materiales, se ha realizado siguiendo una concreta metodología, con el fin de poder comparar los distintos resultados obtenidos.

Todas las experiencias realizadas tienen como objetivo final determinar los parámetros que permiten obtener compactos con las mejores propiedades mecánicas y mayor porosidad posible. Para ello, se ha estudiado el efecto de la temperatura de sinterización combinada con la granulometría de los polvos, sobre dichas propiedades.

5.1. Procedimientos generales

Se describen en este apartado todos los métodos empleados en laboratorio, procurando presentarlos según un orden lógico que facilite el entendimiento y seguimiento del trabajo. De manera global, podrían resumirse estos métodos como:

- Método de caracterización de los polvos (análisis de granulometría y microscopía electrónica de barrido)
- Métodos para la fabricación de las probetas (extracción de los polvos, tamizado, preparación de moldes y sinterización en el horno)
- Métodos para el estudio de la porosidad de las probetas (medidas de

porosidad por diversos métodos: densidad por dimensiones, densidad por Arquímedes, densidad por picnometría, densidad por análisis de imagen y porosimetría de mercurio)

- Métodos para la determinación de propiedades mecánicas (ensayo de tracción indirecta)

El éxito de los métodos de fabricación por vía pulvimetalúrgica depende en gran medida del conocimiento de las propiedades físicas y químicas de los polvos metálicos, tanto de las partículas individuales como de la masa de polvos. El procesamiento del polvo a compacto y las propiedades resultantes del producto son influenciados por las características físicas de las partículas, tales como: tamaño de partícula, distribución de tamaños de partícula, estructura y condición superficial. Otras características como la densidad y fluidez, también dependen de dichas propiedades básicas. Igualmente, son importantes las propiedades químicas del polvo; contaminantes e impurezas tienen un efecto negativo sobre la compresibilidad y sensibilidad de los polvos. La caracterización y ensayo de los polvos parten de un muestreo, es decir, la extracción de muestra representativa del material.

El número de propiedades caracterizables en un polvo metálico es muy elevado, tanto a nivel particular como de la masa de polvos. Sin embargo, para el objeto de este trabajo, solo se ha considerado necesaria una descripción básica de los mismos. Así, se ha estudiado granulometría, morfología y microestructura. Las técnicas empleadas para ello se describen en apartados posteriores.

Respecto a los métodos para el estudio de la porosidad de las probetas, así como la determinación de propiedades mecánicas, en posteriores apartados será donde se explique en profundidad la técnica de los mismos, así como los pasos a seguir en esos procesos. Ahora bien, cabe mencionar que será en el apartado de resultados donde se comenten dichos ensayos.

5.1.1. Extracción del polvo

La distribución granulométrica de los polvos, su transporte y almacenaje producen una estratificación de tamaños de partículas en el interior del recipiente que los contiene. Las partículas de menor tamaño tienden a ocupar la región inferior del recipiente, mientras que las partículas más gruesas permanecen sobrenadando en

la parte superior de la masa de polvo. Por este motivo, se hace necesario emplear un método de extracción de muestras representativas de todas las partículas presentes en el recipiente contenedor.

Se extraen con la ayuda de un tubo muestreador. Para ello, se introduce dicho tubo hasta el fondo del envase, consiguiendo un testigo que contiene material de las diferentes alturas del contenedor. De este modo se obtienen muestras representativas del material, tanto si se han producido o no fenómenos de segregación. El proceso de extracción seguido se encuentra detallado en el Manual de Laboratorio. [CHA]

Una vez se ha extraído material suficiente para la fabricación de todas las tandas, se procede a su mezclado con un mezclador-agitador convencional tipo túrbula (ver figura 5-1).

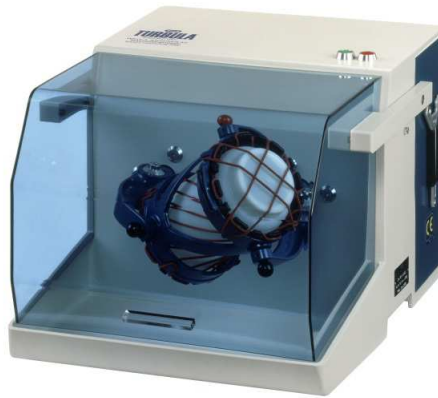


Figura 5-1. Mezclador-agitador túrbula

Con el uso de la túrbula se busca garantizar una mezcla homogénea de polvo con densidades y granulometrías distintas, así como eliminar problemas por la posible sedimentación o estratificación de los polvos. Se ha empleado para ello el molino mezclador *Túrbula Type T2 C*, durante 25 minutos.

La mezcla se realiza dentro de sus propios contenedores. La eficacia de este método es debida a que cumplen los movimientos de rotación, traslación e inversión de la teoría geométrica de mezclado de Schütz. Con este motivo se somete al contenedor de la mezcla a un movimiento tridimensional, un vaivén continuo y cambios constantes de dirección.

Los recipientes quedan sujetos en el interior de la cesta mediante gomas de caucho tensionadas y sometidas a torsión, evitando la estratificación del polvo.

A continuación, se pesa la muestra extraída y se reserva en un recipiente hasta que se realicen las posteriores operaciones.

5.1.2. Estudio de la granulometría mediante difracción láser

Un análisis granulométrico de polvos consiste básicamente en el estudio del tamaño de las partículas que conforman dicho polvo, así como de la distribución de estos rangos de tamaños. Se obtendrá por lo general una distribución con forma de campana de Gauss con el tamaño de partícula en el eje de abscisas y el porcentaje respecto al volumen total en el eje de ordenadas.

Los avances en la tecnología láser han permitido el desarrollo de múltiples aplicaciones, en concreto la espectrometría de difracción de rayos láser para la determinación de la curva de distribución del tamaño de partícula de diferentes materiales, y que permite la obtención de la misma tanto en seco como en húmedo.

La espectrometría de difracción de rayos láser es una técnica ampliamente utilizada para la medición de tamaños de partícula que varían entre cientos de nanómetros hasta varios milímetros en tamaño. Es una de las tecnologías más fáciles de entender, además de proporcionar resultados en tan sólo minutos. El ensayo consiste en la emisión de un haz de rayo láser que difracta en las partículas de material depositadas en él, bastando una pequeña muestra para así determinar el tamaño de las mismas en un rango de 0,02 a 2000 micras.

En este caso, el análisis granulométrico de los polvos se realiza con el granulómetro *Malvern Mastersizer 2000* (figura 5-2), y lo debe realizar un técnico de laboratorio. Para ello, se recoge una pequeña muestra de cada tipo de material y análisis; los pequeños viales están perfectamente identificados, marcados con rotulador, y se entregan a los técnicos responsables de realizar los ensayos.



Figura 5-2. Granulómetro *Malvern Mastersizer 2000*

El procedimiento experimental seguido ha sido el siguiente:

- Puesta a cero del equipo
- Dispersión de la muestra en el líquido, durante 5 minutos, mediante ultrasonidos y desfloculantes para deshacer los cúmulos de partículas.
- Se activa el dispositivo agitador/bomba, que pone en movimiento el líquido.
- Finalmente, se conecta el láser. En función de la intensidad y el ángulo de incidencia de la luz recogida por cada uno de los detectores concéntricos, el software del equipo calcula la distribución de tamaño de partículas en dispersión.

Dependiendo de la cantidad y de la naturaleza de la muestra, se pueden usar distintas unidades de dispersión siendo éstas:

- Vía húmeda Hydro 2000 con capacidad 800ml de agua
- Vía húmeda Hydro 2000S con 100ml de agua u otros líquidos
- Vía seca Scirocco 2000, utiliza aire seco como agente dispersante

El equipo cuenta con un software (SOP) que permite crear un entorno de trabajo personalizado donde se definen las variables de control (presión de aire en bares, % vibración de la bandeja, etc.) para cada tipo de ensayo.

Se realizan varios análisis de granulometría de cada tipo de polvo para salvaguardar la validez de los resultados, hasta 4. Tras comprobar la similitud de los distintos análisis, se toman valores representativos de dichos resultados.

5.1.3. Densidad de golpeo

Para conocer qué densidad presenta para cada material en su estado polvo, debe hallarse la densidad de golpeo. Con dicho dato, por ejemplo, se obtendrán las condiciones de llenado de la cápsula para sinterización eléctrica, conociendo la longitud libre entre electrodos, así como la sección transversal interior de los tubos de cuarzo.

La densidad de golpeo indica la densificación que se produce en un polvo al someterlo a vibración, sin ser compactado. Para obtener el valor de esta propiedad se han seguido las directrices de la norma ASTM. [ASTM]

El procedimiento consiste en colocar 5g de polvo metálico en una probeta seca y graduada, de 10cm³ de volumen, la cual ha sido agitada en una pulidora vibratoria a potencia máxima durante un minuto de tiempo, obteniendo un volumen determinado, que junto con la masa proporciona la densidad de golpeo.

Desarrollando la técnica anterior, se obtiene para el titanio una densidad de golpeo de 1,667g/cm³ y para el acero inoxidable de 3,125g/cm³.



Figura 5-3. Equipo pulidor vibratorio

Según esto, para obtener una porosidad del 70%, un volumen libre del 50% y la

densidad del polvo vista anteriormente, se utilizarían unas masas de 0,25g para el titanio y de 0'45g para el acero inoxidable, aproximadamente. De igual modo, bajo idénticas condiciones pero con una porosidad del 50%, las masas que se emplearían serían de 0,42g y 0'74g, respectivamente.

La distribución de los polvos metálicos en la experimentación en tierra será longitudinal al tubo de cuarzo, y ocupará, aproximadamente, un volumen del 50%. Para el caso de los ensayos en microgravedad, esta distribución no será así, ya que los polvos se repartirán por toda la cápsula, debido a la flotabilidad de los mismos en este entorno. Por este motivo, el uso de los altavoces se hace especialmente importante para la experimentación en tierra.

5.1.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM) de los polvos

La caracterización al detalle de la forma de las partículas del polvo se ha hecho con el microscopio electrónico de barrido, conocido por sus siglas inglesas SEM (*Scanning Electron Microscope*). Un microscopio electrónico permite la observación y el estudio de muestras sólidas mediante la interacción de un haz de electrones generado por un filamento, en lugar de un haz de luz, con la superficie del material objeto de estudio. El haz electrónico generado es puntual, por lo que es necesario desplazarlo sobre toda la superficie de la muestra para barrerla. Con diferentes detectores se recogen después los electrones generados de la interacción con la superficie de la misma para crear una imagen que refleja las características superficiales de la misma, pudiendo proporcionar información de las formas, texturas y composición química de sus constituyentes. Se caracteriza por su gran profundidad de campo, lo cual permite enfocar simultáneamente gran parte de la muestra. Estas imágenes proporcionan gran resolución de la topografía superficial de la muestra, que podrán ser tratadas y analizadas posteriormente.

Esa gran resolución implica que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. La preparación de las muestras es relativamente fácil pues la mayoría de SEM sólo requiere que sean conductoras.

Para hacer SEM, se toma una pequeña muestra de polvo y se introduce en un vial de plástico. Estos viales se analizaron en el CITIUS, más concretamente, en el microscopio electrónico JEOL 6460 LV. Dicho equipo permite trabajar tanto en alto

como en bajo vacío, en ambos casos con un movimiento motorizado de la muestra de 5 ejes. El tipo de cañón es de emisión termoiónica, con un filamento de tungsteno.



Figura 5-4. Microscopio electrónico de barrido de la marca *JEOL*

En general, la forma de las partículas es una consecuencia del proceso de fabricación y del tratamiento del polvo. La observación en el modo de electrones secundarios, SE, permite clasificar las partículas por su morfología en: nodular, dendrítico, acicular, fibroso, hojuela, esferoidal, angular, irregular, y granular. Además, la técnica SEM–SE empleada, facilita la observación del estado superficial, fundamentalmente, la rugosidad y la porosidad superficial.

Existen diferentes tipos de señales emitidos por la muestra al interaccionar el haz electrónico y la muestra que son, en definitiva, las que darán lugar a la formación de la imagen. Estas señales pueden ser calificadas en tres grupos con arreglo a su categoría:

- Señales con carácter de ondas electromagnéticas, tales como rayos X y catodoluminiscencia.
- Señales compuestas por electrones, que incluyen electrones reflejados (backscattered), electrones secundarios, transmitidos y absorbidos.
- Solamente en el caso de especímenes semiconductores, señales de fuerza electromotriz (f.e.m.).

De estos tres tipos de señales, solamente interesan aquellas compuestas por electrones y, en particular, las debidas a los secundarios y a sus reflejos, ya que son éstos los que serán recogidas por el detector y, finalmente, expresados en términos de brillos y oscuros sobre la pantalla del equipo. La procedencia de los electrones varía; algunos del haz pueden penetrar en la muestra perdiendo energía y distribuirse dentro de ella bajo diferentes ángulos.

5.1.5. Molienda

Se ha empleado la técnica de molienda a alto vacío, para conseguir eliminar la capa superficial de óxido que recubre las partículas del polvo de aluminio. Al eliminar dicha capa, se pretende conseguir un contacto íntimo entre partículas y con ello favorecer la sinterización del material. Es de vital importancia mantener las condiciones de vacío hasta el momento de la sinterización, para impedir así que el aluminio se oxide de nuevo al ponerse en contacto con el oxígeno, recubriéndose otra vez de la capa de óxido, la alúmina.

En el aleado mecánico o molienda, una carga conveniente de polvo metálico se coloca en un molino de alta energía, junto con su carga de bolas correspondiente (generalmente, de acero endurecido), haciéndolo girar durante un cierto tiempo a una velocidad determinada.

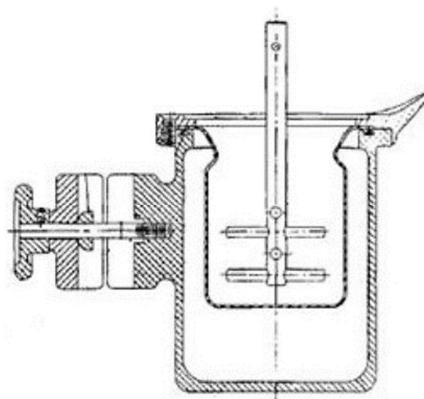


Figura 5-5. Croquis de la vasija de molienda

El molino empleado es un molino vertical de bolas tipo *Attritor* patentado por la casa *Szegvari*, que puede producir volúmenes moderados de material en tiempos moderados (del orden de horas). Este equipo mantiene a las bolas y la masa de polvo en un recipiente vertical estacionario, a la vez que son agitadas por un rotor con brazos radiales. En la figura se muestra el diseño de la vasija empleada en la molienda.

El molino *Attritor* consta de un motor eléctrico de 0,25CV con variador continuo de velocidad entre 0 y 650rpm. La vasija es de 750cm³ fabricada en acero inoxidable, con una camisa para su refrigeración por medio de agua u otros refrigerantes. La vasija va cerrada por una tapadera especial con junta tórica y cierre mecánico *Meco* para árbol de agitación. El agitador es de acero inoxidable con brazos *Colmonoy*. El molino también dispone de un tacómetro.

Las bolas de molienda son de acero al cromo-níquel de 4,65mm de diámetro, empleadas en rodamientos de bolas; se ajustan a las especificaciones DIN 1.3505 y AISI E52 100 o equivalentes. Comercialmente, se pueden encontrar con denominación SKF-3.

DESCRIPCIÓN

El proceso de molienda empleado consta de los siguientes aspectos básicos:

- Carga y puesta en funcionamiento del molino

Una de las variables en la molienda es la relación de carga de bolas y de polvos,

denominada *R*. El fabricante recomienda que se emplee una carga de bolas de 1.800g como máximo, para hacer que la molienda sea más efectiva. La relación de carga es de 30:1. Por otra parte, en los procesos de molienda se utiliza un 1,5% de agente controlador del proceso o cera ACP. Es muy importante no olvidar su adición, entre otras razones, porque es el encargado de controlar la tendencia a la soldadura del aluminio durante el proceso de la molienda.

En la tabla 5-1 se presentan las condiciones que se han empleado en las experiencias de molienda. En las pesadas de los polvos se ha empleado una balanza *Mettler PB 300* con una resolución de centésimas de gramo.

Tabla 5-1. Condiciones de molienda

PROPIEDAD	VALOR
Vasija	750 cm ³
Velocidad	600rpm
Tiempo	1h
Atmósfera	Alto vacío
Relación C _B /C _P	30:1
Carga bolas	2.100g
Carga de ACP	3g
Carga de Al elemental	67g
Refrigeración	Agua a 15°C

Esta etapa del proceso consiste en verter las bolas en la vasija del molino y, a continuación, el agente controlador del proceso (ACP). Se cierra la vasija, se coloca en el molino y se pone en funcionamiento la refrigeración de la vasija, que no se interrumpirá en toda la molienda.

- Impregnación de las bolas con el ACP

Para ello, se pone en marcha el molino y se sube gradualmente la velocidad hasta las 300rpm, manteniéndolo así durante 5 minutos.

- Molienda

Transcurrido el tiempo anterior hay que añadir, por una abertura de carga superior en la vasija y con ayuda de un embudo, la masa de polvo de aluminio en estado de recepción, que se ha pesado con anterioridad. Se sube la velocidad de giro del molino hasta la empleada en la experiencia, manteniéndose hasta la finalización de la misma.

- Separación del polvo

Al ser el aluminio un material altamente reactivo con el oxígeno (reacción exotérmica instantánea), es necesario conservar las condiciones de alto vacío durante la manipulación del mismo. Así, tras el tiempo de molienda, se traslada el molino al interior de la cámara de guantes con atmósfera controlada (ausencia de oxígeno) para su apertura. Antes de la apertura del molino y debido a que las características de estanqueidad de la cámara de guantes son bajas, se intercalan intervalos de 5 minutos de extracción de aire de la cámara con una bomba rotatoria de vacío, con etapas de introducción de gas helio a alta presión. Durante la posterior manipulación del polvo, se trabaja bajo condiciones de alta presión, de nuevo el helio.

Tras la apertura de la vasija, se verterá el contenido de la misma en un tamiz de 250 μ m de apertura que dejará caer el polvo sobre una bandeja, separándolo de las bolas, que quedarán retenidas. A continuación, se ha de vibrar el conjunto y separar así el polvo molido de las bolas completamente.

Antes de comenzar con el proceso de extracción de los polvos del molino, se debe introducir en la cámara de guantes todo el material necesario de trabajo: herramientas de apertura del molino, tamices, material para el montaje de las muestras, portamuestras, moldes, etc. Eso provoca que en esas condiciones de trabajo, el espacio resulte muy limitado. Se hace imposible la introducción de una báscula para la pesada del polvo y poder determinar así el rendimiento de la molienda. Este valor no es más que la razón entre el polvo extraído tras la molienda y el polvo a moler introducido antes de la molienda.

Se han realizado tres procesos de molienda bajo idénticas condiciones, con ello se pretendía comparar las características de las probetas obtenidas de los polvos producto de cada molienda.

5.1.6. Tamizado de los polvos

La técnica del tamizado se emplea para la separación de materiales sólidos por tamaño, una separación que es de vital importancia en la producción de determinados productos cuando no se dispone de los polvos en el tamaño final requerido. Se realiza el proceso de tamizado para poder sesgar y dejar la fracción que interese. De esta forma, se obtiene el tamaño de partículas de polvo metálico

deseado para realizar los ensayos y, para ello, se han de seguir las especificaciones prefijadas por el laboratorio [CHA].

El tamiz es una superficie con perforaciones uniformes de tamaño determinado. Será por estas perforaciones por donde atraviesa parte del material, pero tan sólo el de tamaño inferior a la apertura de malla; mientras, el resto queda retenido sobre él. Por tanto, sólo queda retenido el material de tamaño mayor al de apertura de malla.

Para llevar a cabo el tamizado, es requisito indispensable que exista vibración, ya que con ella se permite que el material más fino traspase el tamiz. Por cada tamiz o malla se obtienen dos fracciones, gruesos y finos. Se entiende como gruesos a los polvos que quedan retenidos en el tamiz, y como finos los que atraviesan la malla. Por tanto, si de un producto se requieren obtener N fracciones (clasificaciones), se requerirán N-1 tamices.

Los tipos de tamices que vibran rápidamente con pequeñas amplitudes se llaman tamices vibratorios. Las vibraciones pueden ser generadas tanto mecánica como eléctricamente. Las vibraciones empleadas han sido de tipo mecánico y, por lo general, son transmitidas por excéntricos de alta velocidad hacia la cubierta de la unidad, y de ahí hacia los tamices. El rango de vibraciones es aproximadamente de 1800 a 3600 vibraciones por minuto.

El tamaño de partícula es especificado por la medida reportada en malla, por la que pasa o bien por la que queda retenida. Así se puede tener el perfil de distribución de los gránulos en el tamizador de manera gráfica, si es el objeto con el cual se realiza el mismo [FOU 1980-MCC 1976].

Se va a comentar el procedimiento seguido para tamizar los polvos.

LIMPIEZA DE TAMICES

Para un correcto tamizado, previamente han de limpiarse, uno a uno, los tamices que se van a emplear. Éstos se colocan boca abajo en agua jabonosa suficiente como para cubrirlos, durante 5 minutos en el equipo de ultrasonidos. Posteriormente, se enjuagan bajo el grifo con abundante agua, para a continuación rociarlos con alcohol y secarlos con ayuda de un secador durante 3 minutos. Es importante recordar que debe guardarse una distancia prudente entre el secador y el tamiz para no dañarlo por un calor excesivo. Para asegurar el secado completo, se espera un mínimo de 24 horas para poder emplearlo. Durante ese tiempo, el tamiz

permanecerá guardado en una estantería para evitar que se deposite polvo sobre el mismo.



Figura 5-6. Baño de limpieza por ultrasonidos

TAMIZADO

Sirve para separar los diferentes tamaños. Por ejemplo, para algunos ensayos sólo interesan las partículas que atraviesan un determinado *mesh*, es decir, partículas con un tamaño menor a la luz que deja abierta la malla de dicho tamiz. Así pues, se forma una torre, colocando de abajo a arriba: fondo, tamiz que fija el tamaño de corte y tapadera.



Figura 5-7. Tamizado de polvos en máquina vibradora

Los polvos se extraen con ayuda de un tubo de muestreo (ver capítulo 3.1.1.), ya que la muestra tiene que ser lo más representativa posible. Los polvos se esparcen sobre el tamiz y la torre se sujeta fuertemente, bien cerrada, en el vibrador. Dependiendo de la cantidad de polvo depositado, se deja un tiempo determinado (por lo general, 20 minutos) en la máquina vibradora [CHA]. Hay que seguir las pautas marcadas, ya que, por ejemplo, depositar mucho polvo en el tamiz provoca un incorrecto tamizado.

COLECTA DEL POLVO

Una vez terminado el proceso de tamizado de los polvos, hay que extraerlos de los tamices, la tapadera y la bandeja contenedora. Para ello, se vuelcan cuidadosamente los elementos, uno a uno, sobre una cuartilla de papel de aluminio, ayudándose siempre de un pincel para recoger el máximo posible de polvo, ya que quedan partículas adheridas tanto al tamiz como a sus paredes.



Figura 5-8. Recogida de polvos del tamiz

Una vez pesada la muestra de polvos que ha cumplido el criterio del tamaño, se guarda en un vial de plástico con el etiquetado correspondiente. Este vial se marca con un rotulador permanente con su nomenclatura correspondiente, sobre la tapadera y sobre el propio vial, para evitar posibles confusiones.

Es de esperar que durante el proceso de tamizado se pierda una pequeña cantidad de polvo. Para que sea admisible dicha pérdida, la suma de la totalidad de las muestras de polvo obtenidas tras el tamizado será, como mínimo, el 98% de la muestra inicial introducida.

5.1.7. Densidad por dimensiones

La determinación de la densidad por dimensiones ha sido la primera prueba de caracterización que se ha realizado a las probetas, al ser un ensayo no destructivo. Se llevan a cabo medidas del diámetro y de la altura de cada una de las muestras, así como el peso en seco, para posteriormente obtener una primera estimación de la densidad de las mismas. Como la forma de las probetas, aunque algo irregular, se aproxima bastante a un cilindro, se puede calcular el volumen con la siguiente fórmula:

$$V_{cilindro} = \frac{\pi \cdot d^2 \cdot h}{4} \quad (5-1)$$

donde $V_{cilindro}$ es el volumen de la probeta, d el diámetro de la probeta y h la longitud de la probeta.

Con ayuda de un calibre digital cuya sensibilidad es de 0,01mm, se toman 10 medidas de longitud y 10 medidas de diámetro (repartidas a lo largo de toda la probeta). Después se hace la media de dichos valores para entrar en la fórmula anterior. Por último, se pesan las probetas para aplicar la fórmula final de la densidad:

$$\rho_{probeta} = \frac{m}{V_{cilindro}} \quad (5-2)$$

donde $\rho_{probeta}$ es la densidad de la probeta, $V_{cilindro}$ su volumen y m la masa.

Para conocer el peso en seco de cada una de las muestras, se ha usado una balanza de precisión convencional, pesando tres veces y tomando la media de dichos valores como peso de la muestra.

De esta forma, se obtienen los primeros valores de densidad de las probetas. Evidentemente, conocida la densidad, la porosidad también, debido a la relación directa entre ellas (en relación a la densidad teórica del material, donde no habría porosidad).

Habrà que tener en cuenta que, mediante este método, se mide toda la porosidad del material. Al medir las dimensiones de las probetas, se conoce toda la porosidad confinada dentro de dichas dimensiones, es decir, tanto la porosidad aislada como la interconectada. Con este método, suelen obtenerse valores de volumen mayores

que por otros métodos y, por tanto, suelen alcanzarse valores de densidad más bajos.

Cabe comentar, por último, que en los pesajes realizados se ha tenido en cuenta la sensibilidad de la balanza utilizada, 0,0001g. Para las mediciones realizadas con el calibre, la sensibilidad era de 0,01mm.

5.1.8. Picnometría

La determinación del peso específico relativo o densidad relativa de las partículas sólidas en un picnómetro, se basa en el desplazamiento de volúmenes. Es decir, lo que realmente realizan estos aparatos es una medición muy precisa del volumen real de un sólido, basada en el principio de Arquímedes del desplazamiento de fluidos y la técnica de la expansión de gas según la ley de Boyle's. El picnómetro es un recipiente de volumen estable que se llena con un fluido de densidad conocida. Cuando posteriormente se introduce la muestra cuya densidad o peso específico se desea conocer, ésta desplaza un cierto volumen de fluido. El volumen de fluido desplazado, generalmente determinado por la diferencia de peso del conjunto, equivale al volumen de la muestra objeto de estudio. Conocida la masa o peso de la muestra con gran exactitud, es posible calcular su densidad, independientemente de que la morfología de la muestra sea más o menos regular, o que se encuentre en bloque o en polvo.

Existen picnómetros de agua o de gas. Las propiedades de los materiales que determinan su comportamiento en el picnómetro, tanto de agua como de gas, son su red porosa, superficie específica y tamaño de partícula, así como los fenómenos de interacción que se producen entre la superficie de las mismas y el fluido del picnómetro. De entre todas estas propiedades, la característica específica del picnómetro de gas es que funciona con gases ideales potencialmente no reactivos con la superficie de las partículas sólidas.

La máquina disponible en laboratorio es un picnómetro de gas de la empresa *Micromeritics*, concretamente el modelo *AccuPyc II 1340*. Dicho sistema posee un paquete de software para *Windows*, identificado con el mismo nombre (versión 1.05).



Figura 5-9. Equipo *Micromeritics AccuPyc II 1340*

El sistema completo se compone de un ordenador asociado, así como de botellas a presión que almacenan los gases empleados.



Figura 5-10. Sistema de picnometría: ordenador, picnómetro y botellas de gas a presión

Este sistema permite el uso de diferentes tipos de gases ideales para el estudio volumétrico, como por ejemplo, helio, nitrógeno o argón entre otros, sin modificación de los parámetros generales de funcionamiento. El picnómetro emplea el gas helio normalmente, debido a que éste asegura una penetración en los poros finos de la muestra de hasta 0,2nm de diámetro. Además, no presenta fuerzas de Van der Waals, lo cual implica una capacidad de adsorción en la superficie de los sólidos prácticamente nula [ASTMB962, WAN 2014].



Figura 5-11. Cámara portamuestras y estándares de calibración

El nitrógeno diatómico tiene un diámetro molecular de 0,368nm, superior al del helio. Generalmente se usa como gas de trabajo el helio porque aporta resultados más precisos. Los gases ideales son potencialmente no reactivos con la superficie de los materiales, pero existen algunas interacciones con determinados materiales que sí van a provocar una reacción significativa, por lo que el empleo del gas vendrá determinado por dichas posibles interacciones. Para el acero inoxidable y el níquel se empleará como gas el nitrógeno, ya que se ha observado interacción del gas con estos materiales: se produce adsorción de helio en la superficie de probetas tanto de níquel puro, como en las de acero inoxidable, ya que éste contiene aproximadamente entre un 10 y un 15% de níquel en su composición.

Tabla 5-2. Estándares de calibración

ESTÁNDAR	IDENTIFICADOR	VOLUMEN [cm ³]
Bola 2,5 mm	DA	0,008181
Bola 1/8"	DB	0,016758
Bola 4,76 mm	M	0,056470
Bola 5 mm (4,989 mm)	D5	0,065019
Bola 10 mm (9,995 mm)	D10	0,522814
Bola 1, de 11,11 mm	P1	0,718517
Bola 2, de 16,66 mm	P2	2,422761
Bola 3, de 18,26 mm	P3	3,186015
Bola 4, de 18,26 mm	P4	3,185829

Por último, junto con este equipo se suministran tres cámaras portamuestras (de 1cm^3 , $3,5\text{cm}^3$ y 10cm^3) y diversos volúmenes estándares de calibración, mostrados en la tabla 5-2. Su uso será explicado a continuación.

PROCEDIMIENTO

Se va a explicar de manera somera el uso del equipo de picnometría y el proceso que se ha de seguir para la obtención de los resultados, siempre acompañado en cualquier caso de las indicaciones de los técnicos del laboratorio [CHA, MPIF 63, ACC].

Antes de comenzar, hay que tener en cuenta una serie de consideraciones importantes con el proceso aquí descrito:

- Para el correcto uso del equipo y la obtención de resultados precisos, se recomienda que la cámara portamuestras se llene un mínimo del 66% de su capacidad. Esto implica que si la muestra posee un volumen pequeño, se han de usar estándares junto con la muestra para realizar las mediciones.
- El equipo de picnometría no permite calibrar con volúmenes inferiores a $0,5\text{cm}^3$.
- El inserto de 10cm^3 no posee tapa, pero se pueden emplear las que acompañan a los insertos de $3,5\text{cm}^3$ y 1cm^3 . Se denomina inserto a un pequeño cilindro metálico que se introduce dentro de la cápsula limitando el volumen interior de la cámara. El uso de una cápsula u otra es función de las dimensiones de la probeta a evaluar.
- Como ya se comentó previamente, el sistema permite el uso de diferentes tipos de gases para el estudio volumétrico, como por ejemplo, Helio, Nitrógeno o Argón, sin modificación de los parámetros de funcionamiento. La elección del gas vendrá determinada por la no interacción del gas con la probeta a estudiar.

El flujo de trabajo en todo estudio de picnometría consta de tres fases:

1) ANÁLISIS PRELIMINAR

Esta primera fase se lleva a cabo sin calibración particular del equipo. El objetivo principal de este primer análisis es el de conseguir un valor inicial del volumen de la muestra a analizar, para llevar a cabo una posterior calibración acorde con ese volumen que ayude a reducir los errores en la medida. Todo proceso de análisis o

medida tendrá a su vez las siguientes fases:

- Encender el equipo y esperar 15 minutos para la estabilización de presión en el mismo.
- Introducción de las muestras en la cámara correspondiente.
- Esperar un tiempo determinado para que se produzca la estabilidad térmica del equipo, 10 minutos aproximadamente.
- Mientras tanto, crear un archivo en blanco en el que se introduce tanto el nombre de la probeta como su masa. En este archivo también se especifica el tipo de inserto usado.
- Ejecutar la opción de *Zero Pressure* calibrando así la presión dentro de la cámara del equipo.
- Accionar el proceso de medida.
- Obtención de resultados y creación de informes.

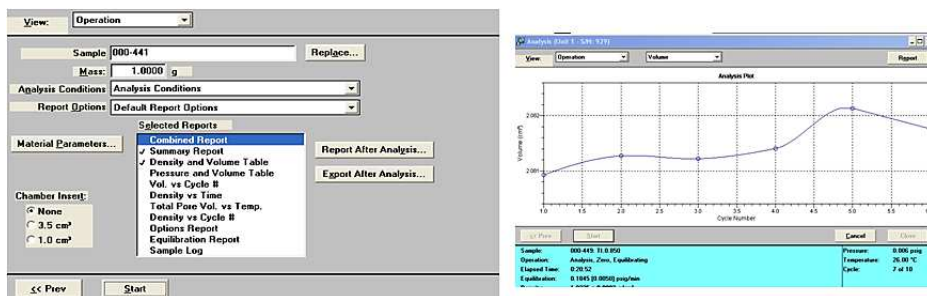


Figura 5-12. Capturas del software durante la medición. Entrada de resultados y proceso de medida

La medida que realiza el equipo consiste en computar el volumen introducido en la cámara, mediante un proceso cíclico en el que se toman diez medidas distintas de la probeta.

El equipo proporciona la medida del volumen y de la densidad de las probetas, pero si junto con la probeta se han introducido bolas de calibración, la medida de densidad no será válida, por lo que sólo serviría la del volumen. En este caso, para obtener el volumen de la probeta, ya que los volúmenes de las bolas extra introducidas son conocidos, habrá que restar estos valores al que proporcione el equipo. Para determinar la densidad de la probeta, simplemente se dividirá el peso de la probeta entre el anterior valor obtenido.

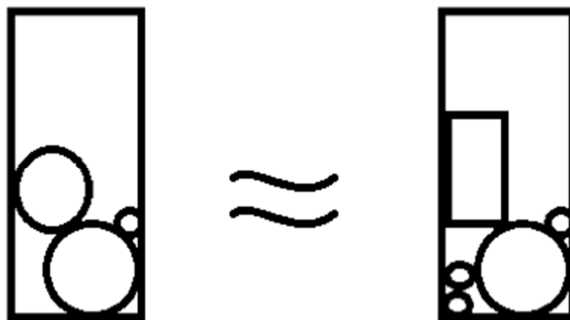


Figura 5-13. Proceso de calibración inicial del picnómetro “rellenando” la cámara portamuestras

El equipo también proporciona las respectivas desviaciones de los dos valores obtenidos, densidad y volumen, y, en caso de que no existan problemas en la medida, como podría ser la introducción de volúmenes demasiado pequeños, dichas desviaciones serán del orden de $0,0001\text{cm}^3$.

Esta etapa requiere de unos 45 minutos; este tiempo incluye los intervalos de estabilización del picnómetro cada vez que se abre y cierra la cámara para introducir las muestras.

2) CALIBRACIÓN

Se pretende que el volumen con el que se calibre sea lo más parecido al volumen de la muestra a estudio. Dado que se poseen diversos estándares para calibrar, habrá de seleccionar aquellos que consigan equiparar el volumen a calibrar y el volumen a estudio. Para conseguir este objetivo, se pueden añadir estándares con la muestra. Dado que el volumen del estándar siempre es conocido, no habrá mayor problema en conocer las características de la muestra.

El proceso de calibración tiene tres fases principales:

- a) Calibración sin estándares
- b) Calibración con estándares
- c) Verificación de la calibración

Este es un proceso común en todos los equipos de picnometría de gas. Básicamente, lo que se lleva a cabo es un calibrado inicial con la cámara portamuestras vacía, pero habiendo introducido previamente el volumen que se

introducirá más tarde con los estándares. Tras esto, se calibra nuevamente con los estándares para, por último, comprobar que la calibración ha sido efectuada correctamente.

Se necesita una hora y media aproximadamente para realizar la medida de calibración.

3) ANÁLISIS TRAS CALIBRACIÓN

Se ha de llevar a cabo un nuevo proceso de medida, tal y como se elaboró en la primera fase de análisis sin calibración o preliminar.

Se debe tener especialmente cuidado con los valores obtenidos cuando en el proceso se han utilizado estándares (cuando el volumen de la muestra no es suficientemente grande). En ese caso, se deberá restar el volumen de dichos estándares empleados.

$$V_{muestra} = V_{picnómetro} - V_{estándares\ de\ calibración} \quad (5-3)$$

El picnómetro proporciona también el valor de la densidad, pero esta se obtiene con el peso de muestra introducido a mano en el programa, por lo que el valor que devuelve el software es incorrecto. Para determinar la densidad real se dividirá el valor del peso de la muestra en el volumen anteriormente obtenido.

$$\rho_{muestra} = \frac{m_{muestra}}{V_{muestra}} \quad (5-4)$$

Los resultados obtenidos en este ensayo serán referidos a porosidad aislada, dado que el funcionamiento de este equipo se basa en la introducción de gas a presión en la porosidad interconectada. Debido al alto nivel de penetración del gas en la porosidad por su pequeño tamaño atómico, tan sólo los poros aislados y no cerrados estarán incluidos en el resultado del volumen final medio dado por el picnómetro. Por ello, con este método se obtienen menores valores de volumen que por otros métodos y, de forma pareja, mayores valores de densidad.

5.1.9. Densidad mediante pesada diferencial

Para el cálculo de la densidad y porosidad de las muestras, se puede aplicar el

conocido método de Arquímedes con impregnación mediante agua destilada. El principio de Arquímedes dice que un cuerpo total o parcialmente sumergido en un fluido es empujado hacia arriba con una fuerza igual al peso del fluido desalojado, que actúa verticalmente a través del centro de gravedad del fluido antes de ser empujado. Según dicho principio, es posible determinar la densidad de un cuerpo sumergido en un fluido conocido, calculando el volumen del cuerpo y conociendo su masa.

Este método viene descrito en normas [ASTMB962, ASTM C737, MPIF42]. El procedimiento a seguir para aplicar el método consiste en los siguientes pasos:

- 1) Pesar la probeta en seco. Este valor se corresponde con la masa de la probeta en seco, D (masa en gramos).
- 2) Calentar la probeta en agua destilada en su punto de ebullición durante 5 horas.
- 3) Dejar reposar en dicho agua durante 24 horas.
- 4) Pesar la probeta impregnada sumergida en agua. Este valor corresponde a la masa de la probeta sumergida, S (masa en gramos).
- 5) Sacar la probeta sumergida y eliminar el exceso de agua con un paño húmedo.
- 6) Pesar la probeta sin el agua sobrante. Este valor corresponde a la masa de la probeta saturada, M (masa en gramos).

Teniendo en cuenta que 1 cm^3 de agua destilada pesa 1 gramo, se llega a las siguientes ecuaciones para la densidad aparente de las muestras (ρ) y la porosidad interconectada (p_i):

$$\rho = \frac{D}{M - S} \quad (5-5)$$

$$p_i = \frac{M - D}{M - S} \cdot 100 \quad (5-6)$$

PROCEDIMIENTO

Para el ensayo se necesita:

- ✓ Agua destilada
- ✓ Vasos de precipitado pequeños
- ✓ Vidrios de reloj del tamaño correspondiente para usarlos como tapa
- ✓ Placa calefactora en baño de arena
- ✓ Placa calefactora con agitador magnético
- ✓ Vaso de precipitado grande
- ✓ Vidrio de reloj adaptado al tamaño para poder cubrir el vaso de precipitado grande
- ✓ Pinzas para transportar los recipientes

Tras el encendido del baño de arena, donde el termostato ha sido fijado al 90%, se procede a llevar a ebullición el agua destilada.



Figura 5-14. Placa calefactora con baño de arena

Una vez que el agua comienza a hervir, se procede a introducir las muestras en los vasos de precipitado y éstos se entierran en la arena. A continuación, se rellenan las vasijas y se tapan con los vidrios de reloj. Ocurre que la evaporación es tan severa, que si no se cubrieran los pequeños vasos de precipitado, rápidamente se quedarían las probetas sin estar completamente sumergidas.

Durante las cinco horas que las muestras han de estar calentándose en agua destilada, no se pueden quedar en ningún instante sin estar cubiertas completamente con agua. Se trata de un proceso supervisado durante toda su

duración.

Por tanto, se ha de disponer en todo momento de agua destilada hirviendo para ir reponiendo las pérdidas sufridas por evaporación en los vasos de precipitado pequeños. El tamaño del vaso de precipitado grande, debe ser el suficiente como para almacenar agua destilada, también en ebullición, que sirva para la reposición. La tapadera del mismo es tan sólo por mantener la temperatura siempre alta y que en dicho proceso nunca se pierda la ebullición del agua en las probetas.

Por esa misma razón, el calentamiento se lleva a cabo en una placa con agitador magnético *Heidolph MR Hei-Standard* (figura 5-15).



Figura 5-15. Placa calefactora con agitador magnético *Heidolph MR Hei-Standard*

Tras la finalización de esta primera fase, se ha de esperar 24 horas con las probetas sumergidas. Tras esta espera, se puede proceder al pesado de las muestras tanto sumergidas como saturadas. Para dicho pesado se utiliza una balanza de precisión de sensibilidad de 0,0001g que posee un dispositivo especial para pesadas sumergidas.

El procedimiento a seguir es el detallado a continuación:

1º Medición del peso sumergido.- Es el peso de la probeta sumergida (S) en agua destilada, este valor se corresponde con la masa de la probeta tras la saturación de los poros de la misma. Para la toma de esta medida, se coloca un vial lleno de agua destilada en la balanza electrónica, se tara y luego se toma la medida tras introducir la probeta en el vial.

2º Medición del peso saturado.- Es el peso de la probeta con la porosidad saturada (M) por agua destilada. Para la toma de esta medida, es preciso eliminar primero el

exceso de agua de la probeta empleando un paño húmedo. Ya que el agua destilada contenida en los poros de la probeta se evapora, tras colocar la misma en la balanza electrónica el valor de la medida fluctuará rápidamente, por lo que se han esperado entre tres y cinco segundos para que el valor se estabilice antes de anotar la medida. Eso evita también que dé tiempo a que comience a decaer dicho valor a causa de la evaporación.



Figura 5-16. Balanza digital

Una vez conocidas las tres masas de las probetas, se recurre a las ecuaciones vistas para la elaboración de los cálculos pertinentes. A pesar de que los métodos basados en el principio de Arquímedes no pueden dar la densidad real de los materiales porosos ensayados, los resultados obtenidos mediante la aplicación de las ecuaciones 3 y 4 son una aproximación bastante fiable. Los poros no considerados son aquellos que su tamaño sea tal que impidan la penetración de las moléculas de agua y, por tanto, se supone que no poseerán una gran relevancia en el cálculo final.

Para lograr que el agua lograra introducirse en esos pequeños poros, se necesitarían aplicar grandes presiones durante el ensayo. Por tanto, los valores de porosidad interconectada obtenidos mediante Arquímedes serán algo bajos, debido a que sólo incluyen una parte de la porosidad interconectada y, lógicamente, el resto se verá incluido en el cómputo de la porosidad aislada.

Los valores obtenidos fueron contrastados con la norma ASTM-“Standard Test

Methods for Density of Compacted Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes Principle”, donde las probetas se sumergen en aceite, al cual se le aplica una reducción de presión durante 30 minutos, para luego dejar reposar durante 30 minutos a presión atmosférica. Posteriormente se pesa tal y como se ha descrito en el método anterior. [ASTMB962]

5.1.10. Corte de las probetas

Previamente a la realización de los ensayos de porosimetría de mercurio y análisis de imagen, se han cortado las probetas en fragmentos menores. Para el ensayo de porosimetría de mercurio es necesario disponer de una muestra de unos dos milímetros de espesor como máximo. Para el ensayo de análisis de imagen, la limitación la marcan las dimensiones del molde para el empastillado de las probetas.

Así, y con el objeto de poder realizar el máximo número de ensayos, una de las tandas se ha cortado en tres trozos de manera perpendicular al eje, obteniendo una rebanada central de dos milímetros y dos fragmentos, de dimensiones similares, de la parte superior e inferior de la probeta.

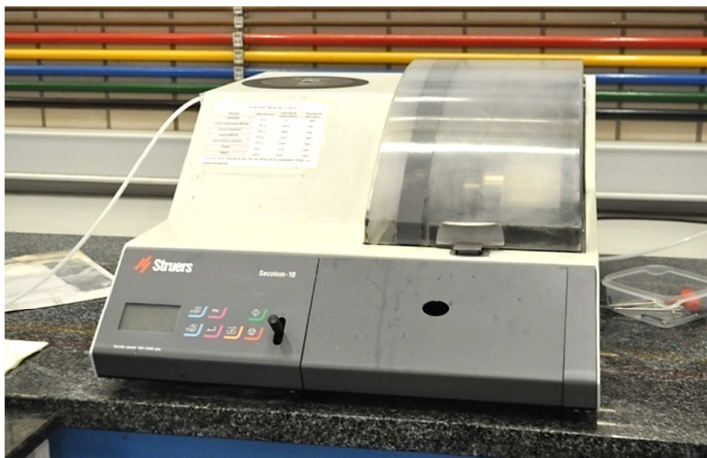


Figura 5-17. Cortadora de precisión *Struers Secotom-10*

Como ya se ha comentado anteriormente, la rebanada central de 2mm se emplea para realizar la porosimetría. Uno de los fragmentos externos se empastilla y

prepara para realizar un análisis de imagen con el microscopio metalográfico. El último fragmento se reserva para el ensayo de capilaridad o se deja como reserva de otros posibles fallos experimentales.

Para el corte de las probetas se ha empleado la cortadora de precisión modelo *Secotom-10*, de la compañía *Struers* (figura 5-17). Para realizar el corte de manera segura, se siguen las indicaciones del manual del equipo y las indicaciones de los técnicos de laboratorio.

Antes de comenzar, hay que seleccionar el tipo de disco, ya que dependiendo del material a cortar se emplea un disco y una velocidad de corte determinados. El tipo de disco y los parámetros de corte según el material, han sido consultados en el manual de la máquina de corte.

Tabla 5-3. Parámetros de corte en función del material

PARÁMETROS DE CORTE			
Material	Disco de corte	Velocidad de avance (mm/s)	Velocidad de giro (rpm)
Aluminio	557ca	0,1	3.000
Aceros endurecidos HRC 50	556ca	0,035	2.500*
Aceros inoxidables	556ca	0,020	3.000
Aceros HRC 45	557ca	0,035	3.000
Aceros bajos en carbono	557ca	0,060	3.000
Titanio	19s15	0,025	2.500*
Níquel	10s15	0,025	2.500
*El valor de la velocidad de giro está por debajo de la recomendada debido a la dureza del material			

El procedimiento que se ha seguido para el corte de las probetas es el siguiente:

- Con el mando manual se desplaza el carrito interior móvil de la cortadora hasta separarlo completamente del disco de corte, y se procede a montar la probeta en la mordaza de sujeción. Es importante ajustar las mordazas de manera que se impida el movimiento de la probeta durante el corte, pero cuidando no ajustarla demasiado como para deformar la probeta por presión.
- Una vez montada la probeta, se desplaza suavemente el carrito hacia el disco de corte, evitando golpear éste, ya que se podrían crear muescas en el filo de corte e incluso fracturar el disco. Cuanto menor sea la distancia del disco de corte a

la probeta, menor será el recorrido de corte, reduciendo así el tiempo de operación. Hay que comprobar, girando manual y suavemente el disco, que esta distancia es la suficiente como para permitir el giro libre del mismo.

- Para el primer corte se ajusta manualmente, en la rueda de ajuste del carro portamuestras, el grosor del fragmento de probeta a cortar, que debe ser aproximadamente igual a la mitad de la altura de la probeta. Tras esto y para poder comenzar con el corte, se deben fijar los mandos de posicionamiento manual para evitar que la probeta se mueva o gire, cerrar la tapa protectora, programar la profundidad de corte en los mandos (esta profundidad será igual al diámetro de la probeta más unos 5mm para asegurar el corte completo) y pulsar el botón de inicio. Al tratarse de un equipo de corte de precisión, para prevenir cambios en la superficie del material por las altas temperaturas alcanzadas durante el corte, el equipo está dotado de un sistema de refrigeración por chorros.



Figura 5-18. Detalle del corte en la cortadora de precisión

- Cuando el equipo termina el recorrido de corte programado, avisa con una señal sonora, tras la cual, se puede abrir el equipo de forma segura y extraer el primer fragmento.
- El siguiente paso es cortar la rebanada de 2mm. Como ya se encuentra la probeta montada en el equipo, sólo hay que desplazar con el mando manual la

probeta hasta volver a colocarla en la posición de corte, desbloquear los mandos de posicionamiento manual y, empleando la función *off-set*, programar la profundidad de corte. Habrá que volver a fijar la posición de la probeta, cerrar la tapa y dar al botón de inicio. Para este último corte, no se debe programar la profundidad de corte, ya que está programada del anterior paso.

- Cuando este segundo corte termina, se extraen la rebanada de 2mm y el fragmento que queda en las mordazas. Tras el corte, es importante secar las muestras, para ello se usará alcohol y un secador. Los fragmentos se secan bajo un chorro de aire caliente durante unos 8 minutos y, a continuación, se dejan secar al aire durante veinticuatro horas para eliminar el exceso de humedad. Ya queda lista la rebanada de 2mm para su ensayo de porosimetría de mercurio, que se realizará en el CITIUS. A continuación, se empastillará uno de los otros dos fragmentos.

5.1.11. Porosimetría de mercurio

La porosimetría de mercurio es una técnica de ensayo que ayuda a caracterizar el sistema poroso de los materiales, obteniéndose a partir de ella la distribución de la porosidad en función del tamaño aparente de acceso a los poros. Permite obtener datos del área porosa, volumen de poro, diámetro medio de poro, densidad del material y porcentaje de porosidad. Además, se ha realizado el tratamiento de datos para caracterizar la porosidad interconectada de las probetas.

Esta técnica es de aplicación en muestras sólidas en forma de polvo, grano, pellets, sólidos monolíticos, fragmentos, fibras, etc. El tamaño de las muestras viene delimitado por el de la cápsula del penetrómetro, que tiene un diámetro interior de aproximadamente 1,3cm. Para solucionar el problema de las dimensiones y reducir las probetas a las dimensiones de los límites establecidos, se utilizaron discos de desbaste según la dureza del material. Se trata de una técnica destructiva, por lo que la muestra que se analiza se pierde.

Esta técnica se fundamenta en el hecho de que cuando un sólido se sumerge en mercurio, líquido que no humedece a la mayoría de los materiales salvo unos pocos metales, la penetración de este fluido en los poros del sólido no se produce salvo que se aplique presión externa. El ensayo consiste en inyectar mercurio a presión controlada y registrar el volumen de mercurio absorbido. La intrusión será mayor, cuanto más alta sea la presión hidráulica aplicada. La disminución del

mercurio libre, que es igual al que invadió los poros, se mide en función de la presión aplicada. Estos datos dan directamente el volumen de poros. Para medir tamaños de poro superiores a $7\mu\text{m}$ se utiliza generalmente baja presión (0.2-50Psi) y para tamaños menores se usa el de alta presión (20-60.000Psi), aunque la presión utilizada depende de la naturaleza de la muestra.

El porosímetro de mercurio empleado se trata del equipo *Pore Master 60 GT*, disponible en el Servicio de Caracterización Funcional del CITIUS. El sistema dual permite el llenado simultáneo de dos células con mercurio en las estaciones de baja presión. Si la intrusión de mercurio no es apreciable, que sería señal de un tamaño de poro pequeño, se procede a instalar las células con las muestras en la cámara de alta presión. En ambos casos se realiza el registro del volumen frente a la presión usando el software de control *Poremaster*.

Es necesario tener en consideración que mediante el presente ensayo no pueden medirse poros inferiores a $9,5\mu\text{m}$, debido a las características intrínsecas de la presión del ensayo (bajas presiones) y al fluido de ensayo empleado, que es el mercurio.

Basándose en un modelo de porosidad que asume poros cilíndricos y no intersectantes, Washburn propuso la siguiente ecuación, que relaciona las presiones aplicadas al introducir el mercurio (Δp) con el radio de poro (r), es decir, la distribución dimensional del tamaño de los poros:

$$r = 2\gamma \cos \frac{\theta}{\Delta p} \quad (5-7)$$

donde γ es la tensión superficial del mercurio ($0,480\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$ a 20°C) y θ es el ángulo de contacto de este líquido con la superficie del sólido. Este valor suele tomarse igual a 140° .

Los diámetros de los poros (que implican un modelo cilíndrico de poro) pueden ser convenientemente medidos desde alrededor de 0,003 micras hasta 360 micras. A partir de los datos de intrusión de mercurio, es posible determinar el volumen de macroporos, como el volumen de intrusión correspondiente al diámetro de poro de 50nm, y el volumen de mesoporos, como la diferencia entre el volumen de intrusión al diámetro de 2nm y el valor anterior (en ocasiones la sensibilidad del porosímetro no permite llegar a tamaños de poro de 2nm, tomándose en este caso, la medida más baja que proporcione el equipo).

Dado que los meso y los macroporos no son generalmente uniformes en su forma (ni cilíndricos en su totalidad), los resultados determinados a partir de la porosimetría de mercurio han de ser tomados con ciertas reservas. Al aplicar la ecuación de Washburn a la curva de intrusión de mercurio, se asume que el ángulo de contacto permanece invariable y que la estructura porosa no experimenta ningún cambio irreversible ni se comprime al ser sometida a elevadas presiones, lo cual puede ocurrir, según las propiedades físicas del material. Aun así, esta técnica es sumamente útil y comparada de forma complementaria con otras técnicas, suele llevar a resultados razonablemente similares.



Figura 5-19. Porosímetro de mercurio, *Pore Master 60 gt*

5.1.12. Análisis de imagen (AI)

Es una técnica mediante la cual se puede medir la porosidad de una muestra

examinando su superficie bajo el microscopio, estableciendo la relación entre la superficie ocupada por los poros respecto al total. Para ello y como paso previo, se deben empastillar las probetas, lijar y pulir sus superficies.

A continuación detallamos los pasos seguidos en el empastillado, lijado y pulido:

1º Empastillado: Se empastilla la muestra para facilitar su correcta manipulación. El empastillado se realiza por impregnación con resina al vacío. Para ello se ha hecho uso del kit de resina *EPOFIX RESIN* de *Struers*, que está compuesto por una resina epoxi y un precursor para la polimerización. No sólo se realiza el empastillado por el hecho de la manipulación, debido a la alta porosidad esperada en los compactos fabricados, el empastillado en vacío y en frío permitirá una mejor conservación de esos niveles de porosidad

En primer lugar se prepara la resina siguiendo las instrucciones del kit, hay que mezclar 15 partes en volumen de resina por 3 partes de endurecedor. El proceso de polimerización comienza al añadir el precursor. Previamente, se deben haber montado las muestras en los moldes, debidamente etiquetados para su posterior identificación, y preparado el equipo de vacío, en el interior del cual se realiza el empastillado. Dicho equipo se denomina *Epovac*, también de *Struers*.

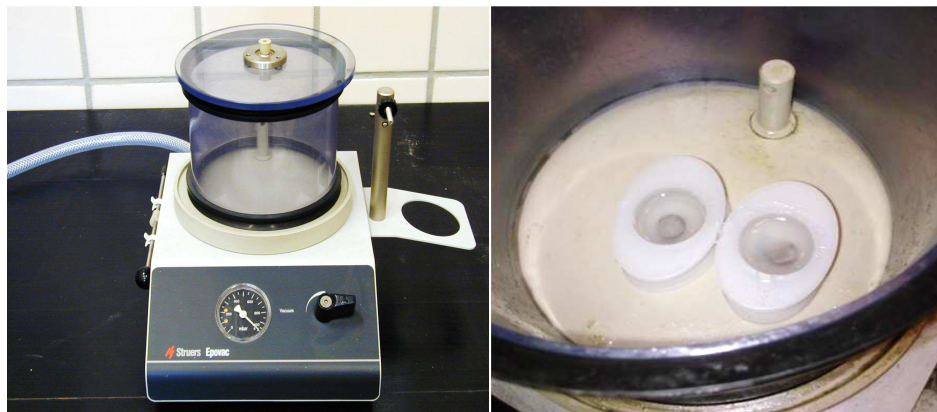


Figura 5-20. a) Equipo de impregnación al vacío EPOVAC Struers
b) Probetas a empastillar en el molde

Los moldes se introducen dentro de la cámara donde se crea un vacío de aproximadamente 100mbar con ayuda de una bomba rotativa. Esta cámara tiene un orificio en su tapadera superficial por donde se introduce un fino tubo de

plástico flexible a través del cual se vierte la resina en los moldes recubriendo la probeta.

Cuando se terminan de llenar los moldes, se apaga la bomba de vacío y se extraen. Una vez fuera de la cámara, los moldes se dejan reposar durante veinticuatro horas para el curado (solidificación) de la resina, tras el cual, se procede al desmoldado de las probetas y etiquetado; con doce horas sería suficiente. En algunos casos, el desmoldado se tuvo que realizar con presión mecánica, ya que la resina quedó adherida al molde.

El etiquetado para la identificación de las probetas se ha hecho con ayuda de un lápiz-marcador, denominado *Vibrograv*. Como durante el lijado y pulido se emplea alcohol en la limpieza de las superficies, hace imposible el marcarlas con un rotulador indeleble.



Figura 5-21. Lápiz-marcador *Vibrograv*

2º Lijado: Para observar las probetas en el microscopio, tras el empastillado se deben preparar las mismas con un desbaste. Como paso previo a dicho desbaste, se achaflan los cantos de las probetas empastilladas con ayuda de la lijadora orbital para su segura manipulación durante el lijado.

Para el desbaste de las probetas se pasaron las mismas por cuatro lijadoras rotativas, lubricadas con agua, consecutivas de mayor a menor tamaño de grano (240, 600, 1200 a 2400granos/cm³). Los equipos empleados serán *Knuth-Rotor 2* y *Knuth-Rotor 3*, ambos de *Struers*. Estas máquinas poseen refrigeración mediante agua corriente y su velocidad de giro es constante.

El proceso de desbaste consiste en aplicarle a la muestra un paño tras otro. Las probetas se lijan durante varios minutos en posición fija, y al cambiar de lija se giran 90°. Se vuelve a lijar en posición fija el tiempo suficiente como para hacer desaparecer las marcas de direccionalidad del lijado dejadas en la superficie de la probeta en el paso anterior. Se repite este proceso hasta llegar a la lija de grano más

fino, en la cual, las marcas de direccionalidad son prácticamente inapreciables. Éstas, de todas maneras, se eliminarán en la etapa de pulido.

Una vez terminado el proceso de desbaste, se lavan las probetas con un chorro de agua, se rocía su superficie con alcohol y se secan con ayuda de un secador eléctrico.



Figura 5-22. Desbastadoras rotativas *Knuth-Rotor 3* (izq) y *Knuth-Rotor 2* (dcha)

3º Pulido: el pulido de una probeta metalográfica tiene por objetivo eliminar, de la superficie de ésta, las rayas finas producidas en la última operación de desbaste y conseguir una superficie con un alto pulimento. El éxito del pulido y el tiempo empleado depende en gran manera del cuidado con el que se haya realizado el desbaste y, por tanto, de la profundidad y grosor de las rayas que se hayan quedado en la superficie de la misma.



Figura 5-23. Pulidora

Para el pulido se ha empleado un equipo de disco horizontal automático, como en

el caso del desbaste, provisto de un paño de la calidad adecuada según el material a pulir (fieltro en este caso). Este paño se impregna con un abrasivo para pulido metalográfico, el tipo de abrasivo a emplear depende del material a pulir, pero de forma genérica un abrasivo metalográfico debe poseer una dureza relativamente alta y una naturaleza tal que permita una buena clasificación de las partículas por tamaños mediante levigación, después de una pulverización adecuada sobre el paño de pulido..

En el caso del titanio, se emplea como abrasivo el óxido de magnesio. Éste se emplea generalmente en el pulido de materiales blandos, pero en este caso, se ha seleccionado porque a diferencia de otros abrasivos, impide el arrastre de material durante el pulido que pudiera ocupar parte de la superficie de los poros, falseando los datos obtenidos en el posterior análisis de imagen.

La técnica adecuada para el empleo del óxido de magnesio consiste en poner una pequeña cantidad de polvo seco (*Magomet* de *Buehler*) sobre el paño de pulir colocado en el disco de la pulidora, añadir un par de gotas de peróxido de hidrógeno para formar una pasta y trabajarla con las yemas de los dedos extendiéndola y embebiéndola en la fibra del paño antes de pulir la probeta.

Otra opción para el titanio es emplear una solución mezcla de sílica coloidal y peróxido en una proporción de 9 a 1. Además, se utilizará un paño más que en el proceso de desbaste anterior, el de 4000. Tras todo el proceso y debido a lo altamente contaminante de la solución, se somete a las probetas a un baño en ultrasonidos.

Para el resto de materiales (acero inoxidable y níquel), se emplea polvo de alúmina en suspensión, con un tamaño de partícula entre 1 y 3 μ m. Se añade más suspensión, o simplemente algunas gotas de agua, cuando se aprecie que el paño se esté secando; no se quiere rayar de nuevo la probeta.

La velocidad de giro de paño debe ser baja y la probeta se moverá de manera circular en sentido contrario al de giro del paño, apoyándola sobre el mismo. Una vez pulidas las probetas, se enjuagan con un chorro de agua, eliminando posible restos del pulimento adheridos a la superficie de la probeta con ayuda de un algodón, se rocía la superficie de la probeta con alcohol y se secan bajo un secador eléctrico.

4º Ataque: Dependiendo del material se hace necesario realizar un último paso

complementario tras el pulido, el ataque químico. Este último paso sería necesario para poder obtener imágenes adecuadas para la realización del ensayo de análisis de imagen. En los casos a estudio, este ataque no es necesario, ya que únicamente se estudia la porosidad, y no el tamaño de grano, forma, distribución de fases o inclusiones. La realización de dicho ataque no haría más que entorpecer el estudio de la porosidad en las probetas.

De todas maneras, en los primeros ensayos sí se realizó para comprobar que, efectivamente, no se alteraban los valores respecto a los obtenidos sin ataque sobre las piezas. A la hora de presentar los resultados, no se ha creído oportuno representar estos últimos, obtenidos tras sonicación y ataque, pues no presentaban novedades respecto a los primeros.

NÍQUEL

En este caso, se preparó una disolución con las siguientes proporciones en volumen [DUP 2011]: 7,5 de ácido fluorhídrico, 2,5 de ácido nítrico y 200 de metanol.

Bajo una campana de laboratorio, para evitar la inhalación de gases, se extrajeron las cantidades relativas de cada uno. Debido a las propiedades del ácido fluorhídrico, la extracción se hizo con una pipeta de plástico. Todos ellos se mezclaron, también en un vial de plástico.

Una vez preparada la mezcla, se mantiene la probeta sumergida en dicha disolución durante 4 minutos. Se enjuagan con alcohol, se secan bajo un chorro de aire caliente y se dejan secar completamente al aire durante 24 horas.

ACERO INOXIDABLE

El acero inoxidable se ataca por electrólisis [ZIP 2011]. Para ello, se dispone de un vaso de precipitado con ácido oxálico al 10% en agua. Se introduce una pequeña placa metálica que actuará de cátodo, también de acero inoxidable, y un poco de algodón en el fondo. Con una fuente de alimentación, se crea una diferencia de potencial de unos pocos voltios. Se recomienda alcanzar una intensidad de 1A/cm² de probeta a atacar.

Se sujeta un extremo del cable al cátodo con una pinza, como se observa en la figura 5-24. Se van depositando las probetas y poniendo en contacto con el cable durante 15s cada una, para desencadenar el ataque químico de las mismas.



Figura 5-24. Montaje para el ataque del acero inoxidable

TITANIO

No se consideró oportuno, no aparecían rebabas en los poros.

5º Limpieza por ultrasonidos: Las probetas se dejan en el equipo durante un minuto aproximadamente, sumergidas en acetona, para eliminar posibles residuos dentro de los poros. Se colocan con la cara a limpiar boca abajo, pero no en contacto directo con el fondo del recipiente, y con cierto peso encima para contrarrestar el movimiento de la vibración de la máquina, de forma que sólo toquen por la zona de resina. Se enjuagan con agua y se secan bajo un chorro de aire caliente. Se mantienen 24 horas al aire para asegurar el secado completo.

6º Análisis de imagen: Una vez se han preparado adecuadamente las probetas, se procede con la realización del análisis de imagen con ayuda de un microscopio metalográfico *Nikon Epiphot 200* y un software adecuado, en este caso, el *Image Pro Plus 6.2*. Adicionalmente, se dispone de un monitor conectado a la cámara digital para una más cómoda visualización de las imágenes. Dicho microscopio posee los aumentos de 50x, 100x, 200x, 500x y 1000x.

El análisis de imagen de las probetas se ha realizado tomando como base las fotografías tomadas a las probetas en el microscopio. Dependiendo del grado de sinterización de las probetas, se han empleado distintos aumentos.

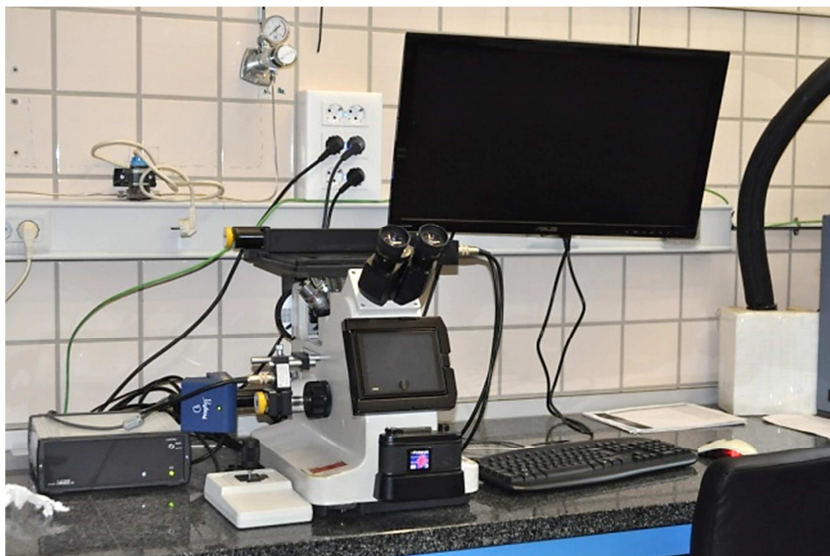


Figura 5-25. Microscopio Nikon Epiphot 200

La herramienta de software *Image Pro Plus 6.2* permite obtener numerosos parámetros morfológicos de los poros mediante el estudio de una imagen. Para el objetivo del cálculo de la porosidad y densidad de las muestras, los parámetros que se precisarán son: número de poros, área del poro, diámetro máximo, mínimo y medio, así como su redondez. Además se usarán los parámetros de esfericidad (diámetro mínimo/diámetro máximo) y circularidad, derivados de estos anteriores.

$$Circularidad = \frac{4 \cdot \pi \cdot \text{Área}}{\text{Perímetro}^2} \quad (5-8)$$

Se pueden obtener todos estos parámetros de una manera sencilla mediante la elaboración de una macro de instrucciones, creada por el técnico de laboratorio encargado del equipo, dentro del propio programa.

Los pasos que se siguen para la realización del análisis de imagen se describen a continuación:

- Se toman diversas fotografías de cada probeta en disposición 3x3. Estas imágenes se descargan en el ordenador y se procede a su análisis con el software. Las imágenes, para cada muestra, se deben tomar siempre con la

misma intensidad de luz aplicada por la lámpara del microscopio, y se toman como mínimo 9 capturas (10).

- Para comenzar con el análisis, se abre una de esas imágenes y se transforma a escala de grises, para así poder medir su *range intensity*. Se hace una selección apropiada del histograma de grises para la identificación de poros. Es decir, en este paso se determina el límite de intensidad de color de la fotografía seleccionando las zonas más oscuras de la imagen, que corresponden con la zona ocupada por los poros. Una vez seleccionado este límite, se apunta para su posterior introducción en la macro o rutina con la cual se analizarán el resto de imágenes, y se cierra la ventana.
- A continuación se abren las 10 imágenes y se ordenan según fueron tomadas.
- Para automatizar en la medida de lo posible el trabajo, se han realizado diferentes macros que toman los valores de los parámetros buscados. Se abre la macro correspondiente y se introduce el valor límite para la detección de poros determinado. En los anexos se incluye el código de *Visual Basic* correspondiente. Con la macro se analizan todas las imágenes cuantificando diversos parámetros como número de poros, área de cada uno, diámetro mínimo, medio y máximo de poro, esfericidad, superficie ocupada por los poros respecto a la total o la distribución de tamaño de poros según su diámetro.

La cámara con la que se han tomado las imágenes desenfoca los márgenes de las mismas, impidiendo que el programa mida de forma correcta la zona porosa respecto a la superficie total. Por ello, la opción macro que se ha diseñado sólo realiza el análisis de la imagen contenida en una elipse que se dibuja automáticamente en el centro de la fotografía tomada. Así se asegura de que la superficie sobre la cual se ha realizado el análisis se encuentra enfocada y es lo suficientemente representativa como para que los resultados obtenidos sean lo más fiable posible.

Con la información obtenida de la macro para las diez imágenes, se crea un archivo Excel dividido en diez hojas, uno por imagen. Esta información se trata posteriormente para sumar todas las áreas, calcular el total de la superficie porosa y la distribución de tamaños de poros, todo ello para cada una de las fotografías de forma independiente. Por último, y en otra hoja de cálculo, se determina la media

de los correspondientes valores de la totalidad de fotografías.

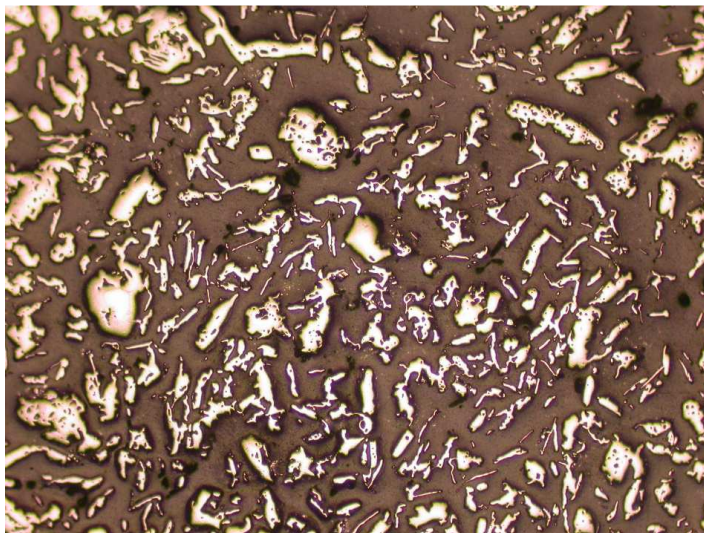


Figura 5-26. Imagen de probeta TiM-1100-3 tomada con microscopio a 500x

El análisis de estos datos y resultados se hace más adelante en el apartado de resultado y discusión, pero es importante mencionar que los resultados obtenidos sólo corresponden a una única superficie de la probeta (dos dimensiones), debiendo ser extrapolados al resto del volumen. Los resultados dependen de la homogeneidad de la probeta, no del plano donde se haga el corte, ya que hay estudios que demuestran que para probetas homogéneas, los resultados en dos dimensiones pueden extrapolarse al volumen completo de la pieza.

Se obtiene otra información extra con la observación de dichas imágenes, ya que se puede determinar también la geometría de los polvos empleados. Dato de gran interés, ya que si éstos son irregulares o poseen formas filamentosas, la porosidad será mayor que en el caso de granos regulares o redondeados. Dicha geometría es más fácilmente apreciable a mayor tamaño de grano del polvo empleado, pero aun así, en todas las imágenes se aprecia la tendencia irregular de los mismos.

5.1.13. Absorción

Mediante este ensayo se pretenden recabar datos de las propiedades absorbentes y

de la capilaridad de las muestras. La prueba de absorción se basa en el principio de los vasos comunicantes. Para ello se dispone de dos recipientes interconectados rellenos de agua destilada, uno de mayor capacidad con altura regulable y otro más pequeño. El agua destilada fluirá desde el primer reservorio al segundo por la diferencia de altura. Una probeta se sitúa sobre el segundo depósito y mediante el contacto superficial con el agua, se produce el proceso de absorción.

Para poder contabilizar el agua destilada que la muestra puede absorber por unidad de tiempo, se ha de colocar la muestra correctamente sujeta. La base de la muestra deberá estar perfectamente paralela a la superficie de agua, justo encima del recipiente de menor tamaño. La pinza que agarra la probeta está situada en una balanza que registrará la variación del peso de la misma.

Para la elaboración de este ensayo se dispone de un sistema compuesto por los siguientes elementos:

- **Dos recipientes.** Uno de mayor tamaño que el otro; el mayor se empleará como reservorio de agua destilada mientras que el menor para impregnar la probeta con el agua.



Figura 5-27. Reservorio de mayor tamaño para el agua destilada situado sobre una base elevadora

- **Tubo de comunicación.** El sistema dispone de un tubo que comunica ambos recipientes. Este tubo será el que comunique el fluido al depósito para el contacto con la probeta.
- **Pinza de sujeción.** Se ha diseñado una pieza de sujeción para poder llevar a cabo una fijación óptima de las muestras durante el ensayo.

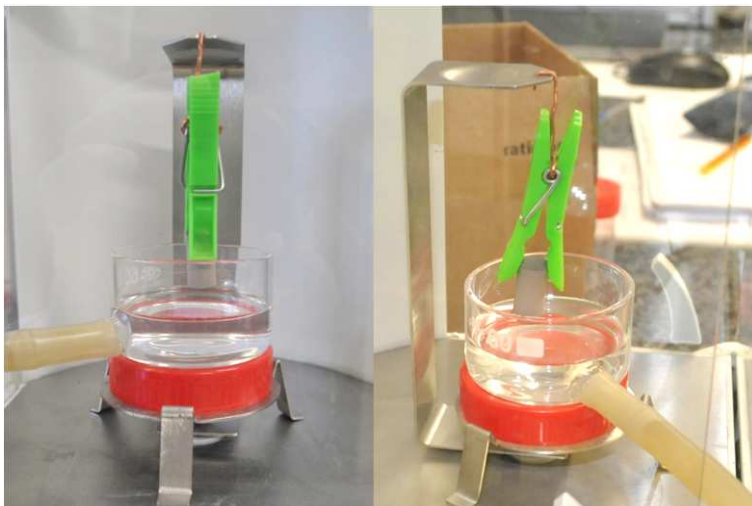


Figura 5-28. Pinza de sujeción de la probeta y depósito de contacto

- **Base elevadora.** Se trata de un dispositivo elevador que permite en todo momento controlar la altura del reservorio mayor, con el objetivo de regular el volumen de agua disponible en el recipiente menor
- **Balanza de precisión,** utilizada para medir el peso absorbido de agua.
- **Herramienta de software** para la contabilización precisa del peso de agua absorbido por unidad de tiempo. Para ello, la balanza anterior está conectada a un equipo de software que va recogiendo el aumento de peso que experimenta la muestra respecto al tiempo.

Para poder contabilizar la agua destilada que la muestra puede absorber por unidad de tiempo, se ha de colocar la muestra correctamente en la pinza de sujeción. La base de la muestra debe estar perfectamente paralela a la superficie de agua del recipiente menor y evitando en todo momento el contacto con el agua antes de comenzar el ensayo. A continuación, se ha de fijar a cero la balanza.

Posteriormente, se irá regulando la altura del reservorio principal de agua hasta que el agua toque la base de la muestra, de la manera más lenta posible. Una vez el contacto con el agua se ha producido, se ha de empezar a contabilizar el peso que la probeta va absorbiendo. Este aumento de peso tiene lugar en sólo unas décimas de segundo, por lo tanto, el software ha de estar iniciado con anterioridad al contacto de la muestra con el agua. Una vez el peso de agua absorbido por la muestra se estabilice o disminuya con respecto a un máximo, el ensayo se da por finalizado.



Figura 5-29. Detalle de la aparición de la burbuja, inicio de la absorción

5.1.14. Tracción indirecta o ensayo brasileño

Todos los ensayos expuestos con anterioridad tienen por objeto la caracterización de la porosidad de las probetas, mientras que este último ensayo de tracción indirecta o ensayo brasileño, se ha llevado a cabo con objeto de caracterizar el comportamiento mecánico de las mismas. Existe una relación directa entre el comportamiento mecánico y el grado de sinterización de las probetas.

El ensayo de tracción indirecta destaca por ser un método simple y representativo,

que permite imitar la respuesta de un material y obtener la carga máxima que aguanta antes de romper. Este ensayo ha sido ampliamente estudiado y normalizado para materiales cuasi frágiles (rocas, hormigón, pavimentos,...), materiales bituminosos, etc. Sin embargo, para su aplicación en materiales metálicos aún no se dispone de una norma específica. Por ello, se han empleado como base una norma ASTM [ASTMC496] y un estudio Garrote Villar [GAR 2006], basado en la norma NLT-346/90 “Resistencia a compresión diametral (ensayo brasileño) de mezclas bituminosas”.

Este ensayo consiste en someter a compresión diametral una probeta cilíndrica, aplicando una carga de manera uniforme a lo largo de dos líneas o generatrices opuestas hasta alcanzar la rotura. En este tipo de ensayo se considera como superficie efectiva, la superficie de la probeta que queda apoyada, siendo necesario en el caso de probetas irregulares eliminar cualquier saliente o extremo doblado usando lijas o la cortadora de precisión.

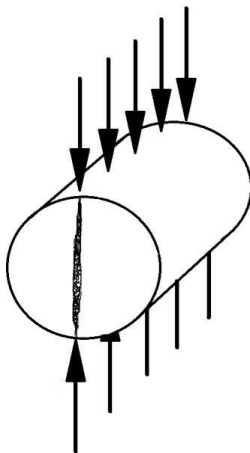


Figura 5-30. Configuración de la carga en el ensayo brasileño

Esta configuración de carga provoca un esfuerzo de tracción relativamente uniforme en todo el diámetro del plano de carga vertical, y es esta tracción la que agota la probeta y desencadena la rotura en el plano diametral. Con los resultados obtenidos tras la rotura, se calcula la resistencia por tracción indirecta de las probetas. Las probetas se ensayan en posición horizontal en una máquina universal de ensayos *Instron 5505*, provista con una pantalla y software para la visualización en tiempo real de los datos obtenidos del ensayo.

Las probetas que se van a ensayar, se han de colocar en los platos de la prensa apoyadas sobre el lado de mayor longitud. Se trata de un ensayo a velocidad de avance constante durante la carga, uniforme e igual a 0,50mm/min.

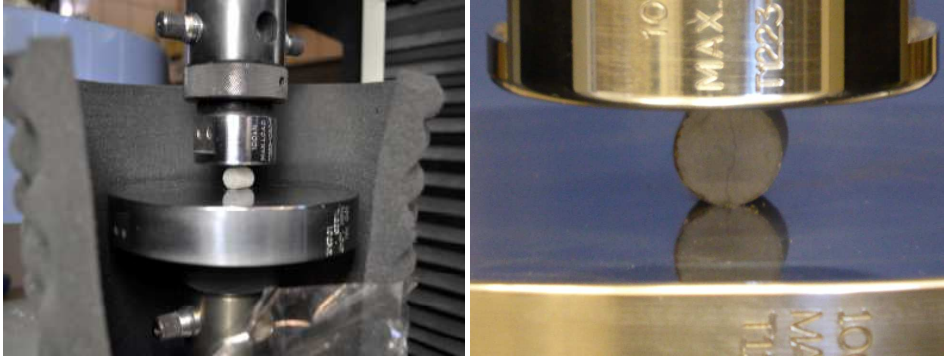


Figura 5-31. Ensayo de tracción indirecta

La principal ventaja del ensayo de tracción indirecta es la sencillez de su metodología. Otra ventaja a considerar es que el coeficiente de variación de los resultados del ensayo es relativamente bajo comparado con otros métodos (dispersiones inferiores al 10%). Además, este ensayo puede utilizarse bajo carga estática o dinámica, modificando la prensa en función del tipo de estudio que se realice. Puede considerarse como otra ventaja la posibilidad de visualizar en tiempo real la gráfica fuerza–tiempo del ensayo, ya que observando ésta, se puede determinar el momento exacto en el que aparece la grieta que llevará a la rotura de la probeta identificándose por una variación brusca en la pendiente de la gráfica.

Cuando una probeta cilíndrica es sometida a compresión diametral, desarrolla un estado de tensiones bidimensional en su interior. La carga aplicada a lo largo de dos generatrices diametralmente opuestas, describe planos principales de tensiones, uno horizontal y otro vertical. Particularmente, en el plano vertical se produce una tensión variable de compresión y una tensión teóricamente uniforme de tracción.

El análisis de rotura de probetas cilíndricas sometidas a compresión diametral demuestra que la fisura inicial ocurre cuando la tensión horizontal de tracción desarrollada en el plano vertical de carga alcanza el valor de la resistencia a tracción del material. Se ha considerado como carga máxima el valor a partir del cual la gráfica fuerza–tiempo sufre un cambio de pendiente apreciable, pudiendo emplear

dicho valor para determinar la resistencia a tracción indirecta en el momento de la rotura que viene dada por la siguiente ecuación:

$$S_t = \frac{2 \cdot P_{max}}{\pi \cdot t \cdot d} \quad (5-9)$$

donde:

S_t , resistencia a la rotura por tracción indirecta

P_{max} , carga máxima o carga de rotura

t , espesor de la probeta

d , diámetro de la probeta

De acuerdo a estas condiciones de carga lineal, la probeta fallaría alrededor de los puntos de carga debido a tensiones de compresión y no en la porción central de las muestras debido a tensiones de tracción. No obstante, estas tensiones de compresión se reducen considerablemente distribuyendo la carga a lo largo de una placa de carga, que no sólo reduce las tensiones de compresión vertical, sino que cambia las tensiones horizontales a lo largo del diámetro vertical de tracción a compresión cerca de los puntos de aplicación [UPA 2002].

Tras el ensayo de tracción indirecta se toman los compactos rotos y se les realiza microscopía electrónica de barrido. De nuevo se ha empleado el microscopio JEOL 6460LV del CITIUS.

5.1.15. SEM de las probetas

El microscopio electrónico de barrido o SEM (Scanning Electron Microscope), es aquel que utiliza un haz de electrones, en lugar de un haz de luz visible para formar la imagen. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite enfocar a la vez una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución, lo cual se traduce en que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación. La preparación de las muestras es relativamente fácil, pues la mayoría de SEM sólo requiere que sean conductoras.

Se realizará microscopía sobre los compactos rotos del ensayo de tracción indirecta, además de un estudio de la composición de los mismos con metodología EDX.

Se ha usado el microscopio electrónico de barrido JEOL 6460LV, disponible en el

Servicio de Microscopía del CITIUS. Se trata de un microscopio electrónico de barrido convencional con modos de bajo y alto vacío, de resolución 4nm y 3nm respectivamente (a 30kV).

5.2. Loose Sintering

5.2.1. Preparación de los moldes

Los moldes donde se colocan los polvos metalúrgicos para su posterior introducción en el horno, son de óxido de aluminio. Para cada bandeja de probetas se ha seguido siempre el siguiente procedimiento descrito, independientemente del tipo de polvo metálico, temperatura y/o tiempo de sinterización.

La introducción de los moldes con el polvo en el horno se hará de una forma cómoda, con la ayuda de una bandeja de alúmina vidriada, también llamada bandeja *Halderwanger*. Dichas bandejas son adecuadas para el trabajo con este tipo de horno. Sobre la misma, se dispondrán unos moldes de alúmina, tal y como se muestra en la figura 5-32. Estos moldes son cilíndricos de 1,2cm de diámetro, 0,3cm de grosor y 3cm de alto.



Figura 5-32. Moldes de alúmina sobre bandeja *Halderwanger*

Para el caso de LS, los moldes se adhieren a la bandeja mediante pegamento de

contacto, una vez que han sido adecuadamente identificados cada uno de ellos con un roturador indeleble, con el nombre de los polvos que se van a sinterizar. Este punto resulta imprescindible para la posterior correcta identificación de los moldes. Además, de forma complementaria, se toman fotografías de la bandeja antes de su introducción en el horno, dejando registro de la posición de cada uno ellos. Se trata de no tener duda alguna sobre la identidad de dichos moldes en caso de que desapareciese la marca identificativa tras la sinterización.



Figura 5-33. Balanza analítica

Una vez preparada la bandeja con los moldes, se toman las respectivas cantidades de polvo que se precisan para el llenado de cada uno de los viales. Uno a uno, se va pesando el polvo necesario para cada una de las muestras sobre un vidrio de reloj en una balanza electrónica.

Una vez realizadas las pesadas, con ayuda de un pincel se pasa el polvo desde el vidrio de reloj hasta una pequeña porción de papel de aluminio. Hecho eso, se dobla cuidadosamente y se vierte el polvo en el correspondiente molde.

Los polvos una vez introducidos en los moldes no se compactan, pero sí que se golpea ligeramente la bandeja con una superficie horizontal, para conseguir el asentamiento de los polvos dentro del molde. El objetivo es evitar la creación de posibles oquedades entre los polvos, que darían lugar a la aparición de mellas o pérdidas de material en las probetas tras la sinterización, siendo éstas inservibles para su caracterización.



Figura 5-34. Vertido de los polvos a los moldes

Se procura llevar de forma inmediata la bandeja al horno para su sinterización, ya que hay que evitar en lo posible la nueva estratificación de los mismos dentro de los moldes. Si no fuera posible, se procede a la conservación de los mismos en el interior de un desecador de vidrio de tapa botón para evitar la absorción de humedad por parte de las muestras.

Es importante que la cantidad de polvo a emplear no llegue a rebosar el molde. Esta es la situación ideal, ya que cuando se produce la sinterización de polvos rebosando, se puede perder gran cantidad de estos durante el proceso.

Tabla 5-4. Cantidades de polvo a introducir en las probetas de cada material sin espaciador

Acero inoxidable	7,5g
Aluminio	5g
Níquel	1,15g
Titanio	4g

Al haber polvos mezclados con espaciadores, ocurre que la mezcla ocupa un mayor volumen, por lo que habrá que tener en cuenta que cabe menos cantidad en las probetas. Por eso se reduce de forma relevante la cantidad de polvo a añadir de acero inoxidable.

No siempre ocurre eso: en el caso del níquel, la cantidad de polvo base es tan reducida, que no se modifica. Para el titanio, es tan reducida la cantidad de espaciador a añadir, que también se mantiene la cifra inicial.

Tabla 5-5. Cantidades de polvo a introducir en las probetas de cada material además del espaciador correspondiente

Acero inoxidable	5g
Aluminio	5g
Níquel	1,15g
Titanio	4g

A veces, tras el sinterizado, se pueden crear burbujas que derivan en mellas en las probetas, provocando incluso el estallido de dichas burbujas. Esas pequeñas explosiones provocan, no sólo una consiguiente pérdida de material, sino también de tiempo y dinero, ya que las probetas quedan inservibles.

Una vez preparada la bandeja, con los moldes pegados, marcados, fotografiados y con los polvos en su interior, ya están listas las probetas para poder ser introducidas en el horno.

5.2.2. Nomenclatura de las probetas

A la hora de trabajar resulta no sólo necesario, sino también cómodo, sintetizar los datos de las diferentes probetas obtenidas con la finalidad de que no se produzcan errores al manipular las diferentes muestras. Tener una nomenclatura precisa también ayuda a la hora de procesar los datos.

Habrà que diferenciar en función de varias variables:

- Método de fabricación; si se realiza mediante *Loose Sintering* o mediante sinterización con compactación previa
- Uso de espaciadores o no

Material y granulometría – Espaciador – Presión (MPa) – Temperatura (°C) – Número

Material y granulometría

La fabricación de muestras se ha llevado a cabo con tamaños diferentes de partículas y, a veces, una mezcla de estos. En el caso del polvo en estado de

recepción, este término sólo indica el material en cuestión; en los otros casos se representa por el valor de *mesh* de la malla empleada en el tamizado, o bien, una letra para indicar finos (F), mezcla (M) o gruesos (G).

Espaciadores

Se han elegido 3 espaciadores para añadir a las muestras para después eliminarlos y que desalojen cavidades que serán los poros o canalizaciones a caracterizar. Según el material la designación de este campo puede ser:

- ✓ 0 – Sin espaciador
- ✓ A – Cera
- ✓ F – Fibra de Carbono
- ✓ S – Sal

Presión (MPa)

El valor que se indica es la mínima presión en verde con la que es posible manipular la muestra antes de su sinterización. Las presiones para cada material con sus distintas granulometrías se detallarán en sus apartados correspondientes.

Temperatura (°C)

El valor que se indica es la temperatura en grados Celsius.

Número (ensayo)

El último campo dentro de la nomenclatura de las probetas designa el número de hornada y, por consiguiente, el número de probeta fabricada, tomando valores que van del 1 al 4. Se procede a identificar el número de probeta fabricada con el ensayo específico al que se somete la muestra. Con independencia del ensayo específico que marque este campo, todas las probetas se ven sometidas a unos ensayos generales, como son la medida de la porosidad por picnometría y dimensiones, ambos ensayos no destructivos.

La relación entre este valor y el ensayo se puede observar en la siguiente tabla:

Tabla 5-6. Relación entre número de probeta y ensayo

Número probeta	Ensayo
1	Arquímedes
2	Cortar rebanada central de 2mm para porosimetría de mercurio; extremos para absorción y análisis de imagen
3	Tracción indirecta y SEM
4	Extra

La metodología y finalidad de cada uno de los ensayos realizados se explicarán con detalle en posteriores apartados.

Uno de los problemas que surgieron durante la realización del trabajo, se dio en la fabricación de probetas de níquel con cera como espaciador. Las probetas obtenidas eran demasiado pequeñas para poder realizarles todos los ensayos. La probeta número 2 destinada a cortar para análisis de imagen, porosimetría de mercurio y absorción, tenía una longitud insuficiente para dividirla en tres trozos. Debido a este problema, se optó por fabricar 8 probetas en lugar de 4 para dicha combinación de parámetros. El reparto de ensayos a realizar sobre esa tanda quedaría como se indica en la siguiente tabla:

Tabla 5-7. Relación entre número de probeta y ensayo

Número probeta	Ensayo
1	Arquímedes
2	Corte transversal
3	Tracción indirecta
4	Análisis de imagen
5	Arquímedes con lijado de las superficies superior e inferior
6	Porosimetría de mercurio
7	Absorción
8	Libre

5.2.3. Introducción en el horno

Para el proceso térmico de la sinterización, se dispone en laboratorio de un horno cerámico de tubo horizontal CARBOLITE 215STF15/75/902PC (figura 5-35). Dicho horno dispone de una pantalla digital con la que se establece el programa de calentamiento deseado, permitiendo fijar la temperatura de sinterización, el tiempo de sinterización y la rampa de ascenso de la temperatura deseada. Al tratarse de un horno de tubo cerámico, pueden conseguirse temperaturas más altas que con un horno de tubo metálico. En el modelo empleado, la temperatura máxima que se alcanza es de 1500°C.



Figura 5-35. Horno de matriz cerámica CARBOLITE 215STF15 / 75 / 902PC

Las rampas de calentamiento serán fijas para todas las tandas que se van a fabricar. Estos valores fueron definidos por recomendación de los técnicos de laboratorio y gracias a bibliografía extraída sobre otros resultados experimentales. En todos los casos se operará de la siguiente manera:

- ✓ Desde la temperatura ambiente hasta 50°C previos a la temperatura fijada de sinterización, ascenso a 10°C/min.
- ✓ Desde 50°C previos hasta 5 grados previos a la temperatura a sinterizar, ascenso a 5°C/min.
- ✓ Por último, desde 5°C previos hasta la temperatura de sinterización, ascenso a 1°C/min.
- ✓ Mantener el tiempo marcado para cada material a la temperatura de sinterización.

Con respecto a la atmósfera elegida para el proceso de sinterizado, junto al horno se dispone de un sistema auxiliar compuesto por: bomba de vacío rotativa, difusora, equipo de medida de vacío y conductos de refrigeración. Este sistema permite fijar las condiciones a las que se va a realizar la sinterización: la bomba rotativa de bajo vacío crea un vacío previo y con la bomba difusora se alcanza el alto vacío. Para todos los casos tratados en este trabajo, la sinterización se ha realizado en alto vacío ($<0,05\text{Pa} = 5 \cdot 10^{-4}\text{mbar}$). Esto viene causado principalmente por el caso del titanio, que al exponerse a alta temperatura bajo una atmósfera rica en oxígeno, se recubre de una capa exterior cerámica de óxido de titanio, que impide la sinterización.

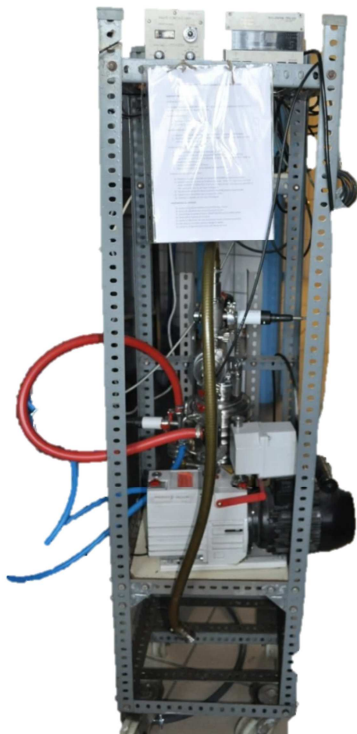


Figura 5-36. Bomba rotativa de vacío, difusora, equipo de medida de vacío y conductos de refrigeración

Una vez preparada una tanda de horno, los moldes o probetas se introducen en el mismo siguiendo el procedimiento descrito a continuación:

- ✓ En primer lugar, se colocan las probetas en el interior del tubo cerámico del horno por su extremo derecho. Con la ayuda de una varilla se arrastra la bandeja hasta dejarla en el centro del horno.
- ✓ Posteriormente, se coloca un disipador de calor y se ajusta la tapa de cierre.
- ✓ Después hay que bloquear la entrada de aire de la tapa de cierre izquierda y se cierra totalmente la tapa derecha del horno.
- ✓ A continuación, se conecta el equipo de vacío a la tapa de cierre derecha.
- ✓ Se pone en funcionamiento el equipo de refrigeración que actúa sobre las tapas de cierre y sobre el equipo de vacío, y se enciende este último.
- ✓ Para terminar, se enciende el horno cuando el vacío sea cercano a 0,5mbar y se pone en funcionamiento con la rampa de calentamiento programada.

- ✓ Dependiendo de la temperatura, el horno tarda un determinado tiempo en alcanzarla, ocurriendo lo mismo con el tiempo de enfriamiento del horno. Por lo tanto, el tiempo de permanencia de las probetas dentro del horno depende de la temperatura de sinterización.

Durante el transcurso del estudio, se produjo una avería en el equipo de alto vacío. Para poder seguir avanzando en la fabricación de las muestras, se diseñó un nuevo procedimiento con atmósfera inerte. El único interés del alto vacío era garantizar una atmósfera ausente de oxígeno para evitar oxidaciones de las probetas. Siendo prescindible el alto vacío, se ideó otro método para expulsar el oxígeno. Este consistía en introducir una corriente de argón en el horno circular, para desalojar así el oxígeno contenido en la propia cavidad interior. El resto de parámetros del proceso, tanto temperatura como rampa de calentamiento, permanecen constantes. Las probetas que se han fabricado mediante este método, llevan una pequeña etiqueta identificativa dentro del campo de la temperatura: se nombran añadiendo las letras "Ar" tras la temperatura de sinterización, por ejemplo, TiF-S-110-850Ar-1.



Figura 5-37. Moldes en el interior del horno

La metodología seguida durante el presente proyecto ha sido siempre la misma, se preparaban los moldes de las probetas a primera hora de la mañana, mientras se procedía con el calentamiento de la bomba rotativa de bajo vacío. Dependiendo de la temperatura de sinterización, se introducían las probetas a media mañana o

última hora de la misma, con lo cual, el horno y sistemas auxiliares se apagaban cuando el horno alcanzaba una temperatura inferior a los 100°C, sobre las 8 de la tarde. Siguiendo este sistema, las probetas se extraen del horno al día siguiente de su sinterización, reiniciando el mismo proceso con la siguiente tanda de probetas.

Fabricación de compactos con cera como espaciador

La diferencia en el proceso de fabricación radica en que durante el proceso de sinterización del metal se produce la evaporación de la cera. Ocurre que no se mantiene el compacto, por lo que se requiere de un contenedor para evitar que el metal se vierta en la bandeja portamuestras. Se han utilizado tubos de alúmina de 12mm de diámetro y de 40mm de altura.

Para poder preparar los compactos dentro de estos moldes, se ha utilizado el propio molde y un punzón, en lugar de la matriz tradicional y sus punzones.

Durante el proceso de sinterización del níquel con la cera, debido a que ésta se evapora, se forman vapores de níquel que ensucian los tubos de alúmina. De hecho, se forma una pequeña capa de níquel incluso en la bandeja portamuestras. Para eliminar esos restos incrustados en la bandeja, se utiliza un baño de 6 horas en una disolución de ácido clorhídrico, solución habitual para limpiar vidrios y porcelanas.

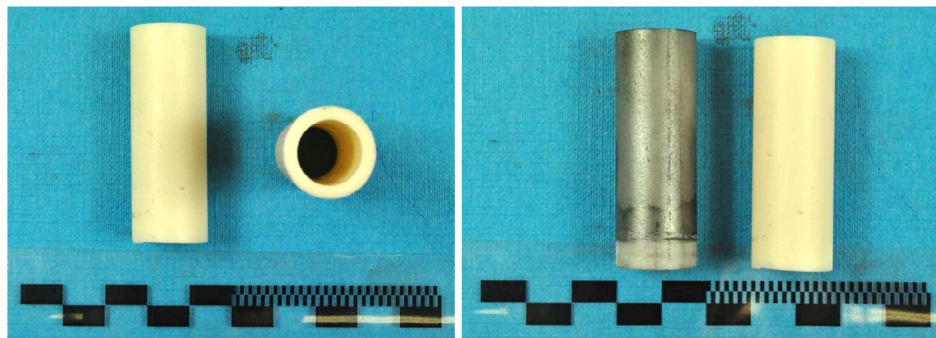


Figura 5-38. Cilindros de alúmina utilizados para la sinterización del níquel con cera como espaciador: a) antes y b) después de la sinterización

En el caso del titanio, tras varias pruebas realizadas, se categorizaron como peligrosos los ensayos de éste con cera como espaciador. Las altas presiones a las que son sometidos los tubos de alúmina, hacen que éstos tengan una alta probabilidad de fractura. Además, fractura muy frágil, que hace que los trozos

puedan saltar, o incluso impactar. La fabricación en estos tubos de alúmina no tiene gran precisión, por lo que pueden existir excentricidades o deformaciones que hagan romperse los tubos a presiones menores de las estimadas.



Figura 5-39. Fallo de un tubo de alúmina

5.2.4. Extracción del horno e identificación

Una vez fuera, las probetas se sacan de los moldes. El proceso de extracción depende del tipo de material y de la temperatura de sinterización. En la mayoría de casos, ha sido suficiente con empujar ligeramente con el cilindro desmoldador desde la parte inferior del molde, tras extraer éste de la bandeja. Sin embargo, cabe comentar que en algunos casos no fue fácil porque se quedaron algo pegadas. Hubo que golpear los moldes y/o empujar cuidadosamente las probetas para poder sacarlas. Todas ellas, sin excepción, han perdido parte de su masa en la extracción; esta pérdida ha sido más significativa, cuanto menor era la temperatura de sinterización.

Después de extraer las probetas, éstas han sido fotografiadas, documentación gráfica que permite una correcta identificación de las mismas. Posteriormente, se introdujeron una a una en distintos viales con su correspondiente nomenclatura escrita sobre el mismo para su rápido reconocimiento. Se escribió sobre la tapadera y también sobre el lateral del recipiente, para evitar posibles confusiones al abrir

varios viales a la vez.

Los viales se guardan en un desecador de vidrio de tapa botón para evitar la absorción de humedad.



Figura 5-40. Ejemplo de macrografía de una probeta fabricada con titanio

Una vez finalizada la fabricación, las probetas están listas para todos los ensayos y medidas a realizar, que sirven para evaluar algunas propiedades de las mismas.

Estas propiedades son, básicamente, dos. En primer lugar, la porosidad o densidad con respecto a la densidad teórica de las probetas medida a través de diversos métodos, y el estudio de distintas características de dicha porosidad. En segundo lugar, como se comentará más adelante, se realiza una medida de la resistencia a la rotura por tracción indirecta, para tener una idea de las propiedades mecánicas de las muestras.

5.3. Loose Sintering con espaciadores

Se pretende la obtención de un mayor nivel de porosidad que únicamente con la técnica del LS. Esta técnica consiste en sinterizar un material que previamente se ha mezclado con otro, el cual será eliminado durante la sinterización o después de ésta, obteniéndose huecos en su lugar.

Estudios recientes concluyen que el valor óptimo de la porosidad para aplicaciones en mechas de LHP's ronda el 70%, por lo que ese será uno de los objetivos principales del presente trabajo. Para lograrlo, se añaden espaciadores. Las cantidades de espaciador a añadir se calcularon en función de las porosidades

alcanzadas con el mismo tamaño de partícula sinterizado mediante LS, conservando los mismos parámetros de sinterización. La cantidad de espaciador a añadir será la diferencia entre la porosidad que se haya obtenido en el estudio sin espaciadores y el 70%, el supuesto valor óptimo. Estos espaciadores serán eliminados posteriormente, y el espacio que ocupaban en la muestra revertirá en una mayor proporción de poros. Estos tantos por cientos se añaden en masa.

Los espaciadores a usar son sal, cera ACP y fibra de carbono.

5.3.1. Uso de espaciadores

El proceso de adición de la cantidad de espaciador es simple. Sólo hay que pesar en una balanza convencional y añadir al recipiente del polvo metálico. Para homogeneizar la mezcla, se utiliza la túbula durante 45 minutos.

Con cada metal a estudio se van a llevar a cabo cuatro tandas de fabricación, compuestas por cuatro muestras cada una. La primera tanda se caracterizará por presentar un contenido íntegro en polvos metálicos. La segunda, tercera y cuarta tanda, presentarán el polvo metálico y una cantidad de espaciadores en un porcentaje determinado; estos espaciadores serán ACP, sal y fibra de carbono. En todos los casos se indicarán tanto las cantidades de polvo metálico necesario, como la cantidad de espaciadores y proporción de estos para cada una de las tandas fabricadas.

El proceso de mezclado de los polvos metálicos del tamaño de partículas deseado con los correspondientes espaciadores, se llevará a cabo en el anteriormente mencionado mezclador (figura 5-1). Los productos se mezclan dentro de sus propios contenedores. La eficacia de mezcla de la túbula es debida a que cumplen los movimientos de rotación, traslación e inversión de la teoría geométrica de mezclado de Schatz.

Los recipientes quedan sujetos en el interior de la cesta mediante gomas de caucho tensionadas y sometidas a torsión, evitando con este método la estratificación del polvo.

El contenedor de mezcla es expuesto a un movimiento tridimensional que somete al producto a un vaivén continuo y a cambios constantes de dirección. Los resultados cumplen con las más altas exigencias y se consiguen en un tiempo

óptimo de 20 minutos.

En este caso, se trabajará con un único tamaño de partículas, el más pequeño que se pueda conseguir en el laboratorio, ya que se busca la obtención de mucha porosidad, pero de muy reducido tamaño.

5.3.2. Cálculo de la adición de espaciadores

La cantidad a añadir en gramos, será el porcentaje en peso para obtener el 70% de porosidad. Dicho valor es el óptimo, debido a su condición frente a permeabilidad, y la cantidad de espaciador se calculará siendo la diferencia respecto al valor de porosidad media de los diferentes tamaños de partículas, siendo dicha porosidad:

$$\text{Porosidad} = 100 - (\text{densidad de la muestra/densidad teórica}) \quad (5-10)$$

5.3.3. Eliminación de los espaciadores

Cuando se utilizan espaciadores en la fabricación de muestra se debe realizar la eliminación de los mismos, ya que lo interesante de su utilización se debe a las cavidades que dejan tras su eliminación. Para cada uno de los espaciadores se utiliza un método en concreto:

5.3.3.1. Sal

Con respecto a la eliminación de la misma, se hace mediante inmersión de la probeta en agua. Las condiciones para lograr una eliminación correcta del NaCl como espaciador, de forma que la probeta quede lo más intacta posible, son los siguientes:

- **Agua caliente:** se utiliza con una temperatura comprendida entre 50-70°C, ya que a esa temperatura se produce un incremento en la velocidad de disolución del NaCl, alcanzándose el objetivo más rápidamente. En la figura 5-14, se mostraba un baño de arena similar al utilizado para calentar el agua destilada. El control de la temperatura se ajusta mediante el accionamiento de un reostato. En este sentido, se ha utilizado un termómetro para ajustar el control de la temperatura.

- **Agua sin agitación:** ésta puede producir deterioros en las muestras.
- **Ciclos de inmersión en agua de 4 horas de duración:** se llevan a cabo un total de 4 ciclos, es decir, las muestras se dejan en agua un total de 16 horas. Finalizado cada ciclo, debe cambiarse el agua de los vasos de precipitado antes de iniciar el siguiente, ya que ésta puede encontrarse saturada de sal. Durante los ciclos, las probetas deben encontrarse siempre totalmente inmersas en el agua destilada.
- **Secado:** Después de los ciclos, las probetas se secan en una estufa *Carbolite* a 100°C durante 30 minutos, y posteriormente se dejan secar las probetas durante 24 horas al aire libre para asegurar el total y correcto secado.



Figura 5-41. Estufa *Carbolite*

5.3.3.2. Cera

Resulta que para eliminar la cera no se requiere de ninguna etapa. Debido al punto fusión de la cera por debajo de la temperatura de sinterización del metal, la eliminación de la cera se da antes de alcanzar el sinterizado del material. Como puede observarse en las características proporcionadas por el fabricante (tabla 4-7), la cera se elimina totalmente cuando se alcanzan los 500°C. Para la sinterización de las probetas de polvo metálico, se alcanza siempre una temperatura por encima de dicho valor. Por lo tanto, cuando se utiliza cera como espaciador, ésta se elimina directamente dentro del horno mientras se realiza el sinterizado de los materiales.

Dicha eliminación provoca el siguiente problema: la cera al evaporarse, crea una especie de chimeneas en las probetas, demasiado grandes para el tamaño de poro buscado. Se mandó realizar un estudio extra del material, llevado a cabo por el Centro de Investigación, Tecnología e Innovación (CITIUS). El ensayo que se mandó realizar fue una calorimetría diferencial de barrido (DSC). Dicho estudio sirve para conocer el comportamiento termogravimétrico en mayor profundidad, es decir, conocer a qué temperatura realmente se elimina la cera. Esto podría ayudar en la búsqueda de la mejor solución para el problema de las chimeneas.

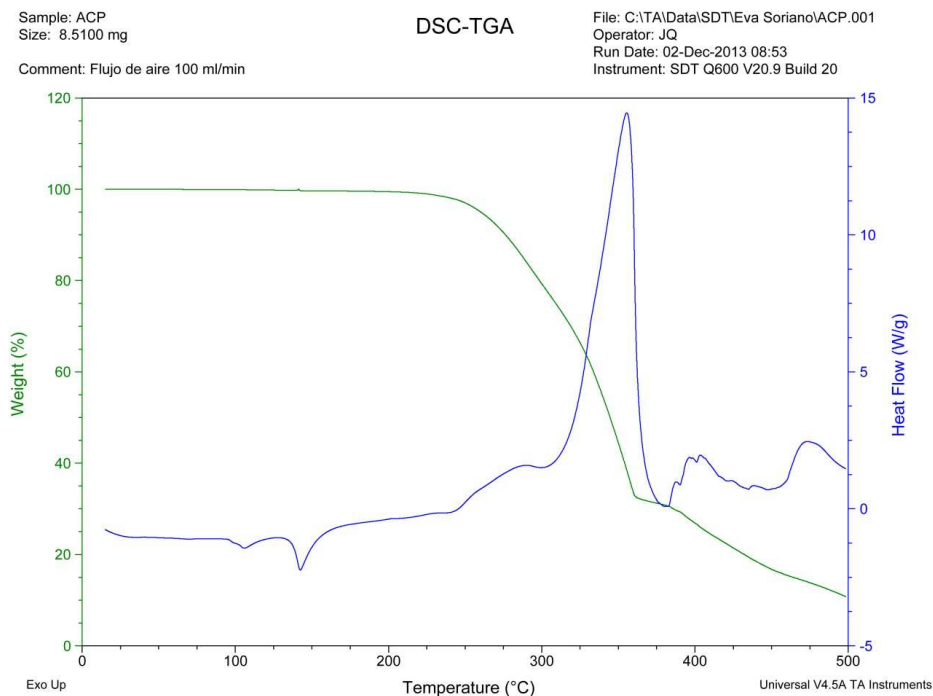


Figura 5-42. Resultado del ensayo DSC de la cera ACP

Para evitar algunos de los problemas derivados de este hecho, una solución que se planteó fue cambiar la rampa de calentamiento para que la cera se eliminara de forma más lenta. Se diseñó una nueva curva de calentamiento tras varios ensayos. En primer lugar, se realiza un barrido con argón, luego se inicia el calentamiento a 10°C/minuto hasta llegar a los 280°C y 1°C/minuto hasta los 380°C, manteniéndose a dicha temperatura durante 1 hora. Es entonces cuando la cera evapora de forma

progresiva y lenta. Después se continúa con la sinterización normal del material a 10°C/minuto hasta llegar a 50°C antes de la temperatura de sinterización, 5°C/minuto hasta 5°C antes de la temperatura de sinterización y 1°C/minuto hasta el final, donde se mantiene a esa temperatura durante el tiempo indicado para cada material.

Con esta rampa se eliminaban las llamativas chimeneas, pero se producía otro problema, que en el interior de las probetas no se alcanzaba la sinterización completa. Por lo tanto, se acordó que en futuras investigaciones se buscaría alguna solución que realmente subsanara este problema.

5.3.3.3. Fibra de carbono

Una vez llevado a cabo la sinterización habitual, se obtiene una probeta que aún conserva en su totalidad el porcentaje de espaciador añadido antes de la sinterización; ahora, pues, se debe eliminar. Según las directrices marcadas, la mejor opción para eliminar la fibra de carbono como espaciador es introducir las probetas durante una hora en la mufla a temperatura suficientemente alta, 800°C, y así quemar todo el espaciador utilizado.

Hay que resaltar que la eliminación de la fibra de carbono ha resultado un gran inconveniente. De hecho, no se ha logrado eliminar este espaciador de las probetas de níquel o titanio sin conseguir que las probetas se deterioraran, quedaran completamente oxidadas.



Figura 5-43. Probetas de níquel tras salir de la mufla

En el caso del titanio, ni siquiera se pudo emplear la fibra de carbono como

espaciador. El titanio se oxidaba ante la presencia del carbono, aun habiendo una muy reducida presencia de oxígeno, dando lugar a unas probetas que tenían que ser desechadas.



Figura 5-44. Probetas de titanio tras salir de la mufla

En el caso del acero inoxidable, aunque a simple vista la probeta no parece afectada, cuando se le realiza un corte para su estudio por análisis de imagen, también se puede observar que en el interior de la probeta no se ha conseguido eliminar completamente el espaciador. Además, se observa que en esa misma zona, en el interior de la probeta, ésta no ha sinterizado completamente: se produce una pérdida de material constante.

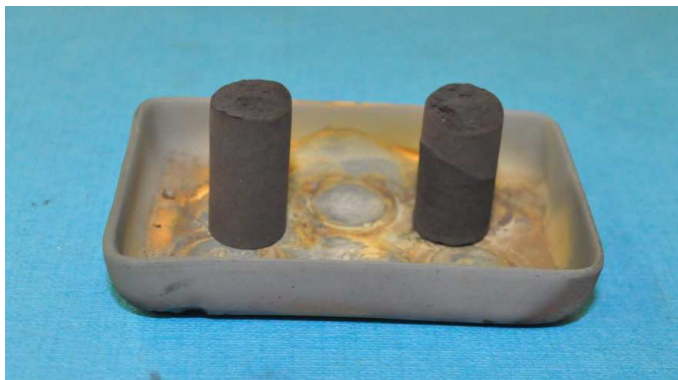


Figura 5-45. Probetas de acero inoxidable tras salir de la mufla

A la vista de estos problemas, se acuerda indagar y profundizar más en el proceso de eliminación de este espaciador, para conseguir una extracción completa sin

perjudicar a las probetas.

5.3.4. Método de Arquímedes

Para el caso de las probetas realizadas con cera como espaciador, se realizan dos ensayos de Arquímedes por cada tanda: uno tal cual salen las muestras del horno una vez sinterizadas y otro tras realizarles un leve lijado a las superficies superior e inferior de las probetas. Durante la sinterización se produce la evaporación de la cera y en su camino de salida desde el interior, se forman canalizaciones interiores y chimeneas en las superficies planas. Esta prueba adicional de Arquímedes se realiza para comprobar si esta variación en la morfología de la probeta puede modificar en gran medida la porosidad.

Efectivamente, se comprueba que no existen variaciones en los resultados obtenidos de una forma u otra, por lo que únicamente se mostrarán los correspondientes al ensayo realizado bajo las condiciones habituales.

5.4. Sinterización con compactación previa

Para mejorar la homogeneidad de las probetas e intentar eliminar la presencia de grandes poros que aparecían bajo LS, se propone el uso de bajas presiones. La preparación de los moldes varía respecto a la establecida previamente, y será como se describe a continuación.

5.4.1. Preparación de los moldes con compactación previa

Tras la correcta extracción y mezclado de los polvos con sus espaciadores, se debe conformar la probeta en verde para su posterior sinterización. Este proceso se realiza mediante una prensa. Previamente, se debe haber determinado la presión mínima de compactación en verde. Para ello, se repite el procedimiento de fabricación de compactos de forma iterativa, buscando siempre minimizar la presión ejercida en el mismo, ya que existe una relación inversamente proporcional entre la presión aplicada en la compactación y la porosidad final obtenida.

El primer paso para comenzar con la fabricación es determinar las presiones con las

que se harán los compactos. Con los distintos espaciadores se mantendrá dicha presión siempre que se mantenga el tamaño de partícula del material.

El procedimiento de compactación empieza por la correcta toma de polvos y el pesado de los mismos. Se utilizan dos vidrios de reloj, uno para contener los polvos y otro que se usa como tapadera, para evitar en la medida de lo posible la contaminación o pérdida parcial de la muestra.

Se utilizará una matriz de diámetro 12mm para prensar los polvos. Para evitar que el punzón se gripe durante el proceso de compactación o extracción, se requiere de una correcta lubricación de la matriz. La disolución de lubricación se compone de acetona y cera, con una concentración de cera del 20% para el acero inoxidable, aluminio y titanio, mientras que del 10% para el níquel.

Se vierte el lubricante por el orificio superior de la matriz mientras se tapona con un dedo la salida. Una vez se ha rellenado completamente, se aparta el dedo dejando caer el lubricante. Las paredes del molde quedan impregnadas; se sopla para terminar de secar el lubricante.



Figura 5-46. Matriz cilíndrica para la elaboración de compactos

Una vez preparada la matriz, se coloca el punzón inferior por debajo y se vierten cuidadosamente los polvos dentro desde arriba. Se equilibran los polvos mediante un ligero vibrado en una máquina vibratoria, para lograr así una óptima distribución del polvo en la matriz y obtener una mayor compactación. Dicha vibración se realizará durante 2 minutos en el nivel 4 de potencia.

Se coloca la sufridera encima de los polvos, así como el punzón superior. Se debe prestar especial atención a que el punzón esté suficientemente introducido como para no gripar la máquina en caso de que existiera alguna excentricidad o inclinación en su colocación.

Tenidas en cuenta las indicaciones anteriores, se aplica la presión sobre el punzón de la matriz, poniendo especial atención en que el cabezal superior de la prensa no llegue nunca a tocar la propia matriz. Una vez se alcanza la presión de compactación, ésta debe mantenerse durante 2 minutos.

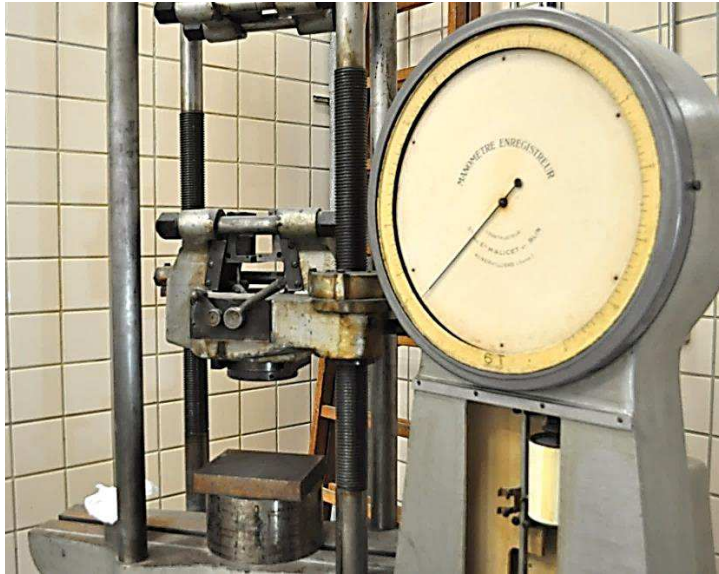


Figura 5-47. Prensa: detalle de indicador de presión y cabezales

La prensa muestra la tensión aplicada en kg. Para evitar confusiones, se trabajó con una tabla de conversión de unidades y así facilitar la lectura del indicador de la prensa.

Como resultado de la geometría de la matriz, los compactos adquieren una forma cilíndrica con un diámetro en torno a los 12mm (la cavidad tiene 12,2mm de diámetro) y una altura que ronda entre los 3 y 27mm.

Ocurre que el níquel de granulometría fina es muy esponjoso y tiende a formar entramados ocupando así mucho volumen. Este volumen ocupado tras la compresión da lugar a compactos de una altura insuficiente para los ensayos

posteriores. Este problema se soluciona realizando tres precompresiones, previas a la compactación final con la prensa. Estas se ejercerán de forma manual introduciendo el punzón en la cavidad de la matriz para reducir así el volumen ocupado por los polvos de níquel.

Después de la compactación, se extraen cuidadosamente y se guardan en un desecador hasta que sean sinterizadas en el horno de alto vacío. Antes de la sinterización de los compactos, se toman medidas de peso y dimensiones de las probetas (altura y diámetro).

5.4.2. Preparación adicional para el caso de empleo de cera como espaciador

Se ha debido de emplear, en lugar de la matriz de diámetro 12 mm, tubos de alúmina de 12 mm y de altura 40mm para poder introducirlos posteriormente en el horno; similar a cuando se realizaba LS. Puesto que la eliminación de este espaciador se produce en el mismo proceso de sinterización, necesita de un contenedor de forma para que la probeta no se desmorone. Ocurriría que la muestra, al no estar aún sinterizada, perdería su forma y se convertiría en polvo. Se ha utilizado un punzón para poder comprimir en dichos tubos.

5.5. Compresión isostática

En el caso de compactación isostática se deciden emplear dos materiales que, hasta el momento, habían producido buenos resultados: el acero inoxidable 316L y el níquel.

Dichos materiales se eligen por su conformabilidad, soldabilidad y buena resistencia a la corrosión, como es el caso del 316L; y por su resistencia mecánica, buena resistencia a la corrosión, resistencia térmica y ductilidad, como sería en el caso del níquel.

Como en la compresión isostática se emplean, por lo general, mayores presiones de compactación, se eligen tamaños más finos de partículas. Para el acero inoxidable, se elige uno atomizado, con un tamaño de partícula que ronda las $3\mu\text{m}$ aproximadamente. Para el níquel, se elige el Ni255, siendo el níquel comercial

disponible con menor granulometría, con un tamaño de unas $2,25\mu\text{m}$ aproximadamente.

5.6. Sinterización eléctrica

Los polvos metálicos que se han empleado para la realización del estudio de descarga y sinterización en tierra han sido:

- Polvo de titanio con un tamaño de partícula menor a $44\mu\text{m}$, es decir, con un *mesh* 325; éste es un indicativo de la medida de la granulometría de los polvos, y se refiere a la apertura del tejido de un tamiz de hilos metálicos.
- Polvo de acero inoxidable 316L, con un *mesh* superior a 200, es decir, en este caso el tamaño de partícula es superior a $74\mu\text{m}$.

Se eligen estos polvos metálicos debido a que son empleados en la fabricación de las mechas mediante sinterización convencional, cuyo objetivo final comprende este trabajo. Se buscan materiales porosos con pequeño tamaño de poro, aproximadamente de entre $3\mu\text{m}$ y $7\mu\text{m}$, además de presentar una gran capilaridad de bombeo, lo que correspondería con una porosidad media del orden del 65%.

Es necesario conocer el comportamiento de los polvos metálicos con los que se va a trabajar durante la realización de los ensayos en tierra, no sólo en el entorno de microgravedad, por lo que a continuación se muestran sus propiedades más importantes. [GAL1-GAL2]

5.7. Referencias

[ACC] AccuPyc II 1340 Operator's Manual

[ASTMB962] ASTM-B962-13. *Standard Test Methods for Density of Compacted Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes Principle*. American Society for Testing and Materials, 1999.

[ASTMC496] ASTM-C496. *Standard Test Method for Splitting tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens*. American Society for Testing and Materials, 1993.

[ASTMC737] ASTM-C737-88. *Standard Test Method for Water Absorption, Bulk density, Apparent Porosity and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products*. American Society for Testing and Materials, 1999.

[CHA] CHAVES, M.F. *Manual de laboratorio (Metalurgia)*. Escuela Superior de Ingenieros, Universidad de Sevilla.

[DUP 2011] DUPONT, J.N., J.C. LIPPOLD y S.D. KISER. *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel*. John Wiley & Sons, New Jersey, 2011.

[FOU 1980] FOUST, A.S. et al. *Principles of Unit Operations*. Editorial John Wiley & Sons, New York, 1980, p. 699-715.

[GAL1] GALLARDO, J.M. *Titanium and its alloys*. Aerospace Materials. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla.

[GAL2] GALLARDO, J.M. *Stainless steels*. Aerospace Materials. Grupo de Metalurgia e Ingeniería de los Materiales, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla.

[GAR 2006] GARROTE, E. *Efecto de la temperatura en la tenacidad de diferentes mezclas bituminosas*. Tesina, Universidad Politécnica de Cataluña, 2006.

[MCC 1976] MC CABE, W.L. y J.C. SMITH. *Unit Operations of Chemical Engineering*. Editorial McGraw Hill Co., Nueva York, 1976, p. 803-808 y 818-851.

[MPIF42] MPIF Standard 42. *Determination of Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Products*

[MPIF63] MPIF Standard 63. *Density Determination of MIM Components (Gas Pycnometer)*

[UPA 2002] UPADHYAYA, G.S. *Powder Metallurgy Technology*. England: Cambridge International Science Publishing, 2002.

[WAN 2014] WANG, D. et al. *Influence of packing density on performance of porous wick for LHP*. *Powder technology*, **258**, 2014, p. 6-10.

[ZIP 2011] ZIPPERIAN, D.C. *Metallographic handbook*. Tucson: Pace Technologies, 2011.